

VŠB – Technická univerzita Ostrava

Fakulta strojní

Katedra mechanické technologie

Zvyšování efektivity procesu SPD na zařízení ECAP

Increase Efficiency of SPD Process in the ECAP Tool

Student:

Bc. Michal Salajka

Vedoucí diplomové práce:

prof. Ing. Stanislav Ruzs, CSc.

Ostrava 2011

Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Michal Salajka**
Studijní program: **N2301 Strojní inženýrství**
Studijní obor: **2303T002 Strojírenská technologie**
Téma: **Zvyšování efektivity procesu SPD na zařízení ECAP
Increase Efficiency of SPD Process in the ECAP Tool**

Zásady pro vypracování:

- 1) Proveďte rešerši současného stavu technologií výroby velmi jemnozrnných (UFG) materiálů se zaměřením na proces ECAP.
- 2) Analyzujte vlivy konstrukčních úprav u matic nástroje ECAP zvyšujících efektivitu procesu SPD (vícenásobné plastické deformace).
- 3) Proveďte protlačování slitin AlMn1Cu a AlFe1,5Mn klasickým nástrojem ECAP a nástrojem s upravenou geometrií (kanál se šroubovici 30°).
- 4) Analyzujte vliv počtu průchodů na tvrdost u obou typů nástrojů.
- 5) Proveďte metalografické vyhodnocení vzorků.
- 6) U slitiny AlMn1Cu proveďte srovnání průběhů křivek přetvárných odporů dosažených procesem ECAP s upraveným kanálem a křivek dosažených procesem CCDC na zařízení Gleeble s nástavcem MaxStrain.
- 7) Proveďte celkové vyhodnocení dosažených výsledků s uvedením návrhu vývoje technologií výroby UFG materiálů.

Seznam doporučené odborné literatury:

- 1) HIRSH J. *Materials Science Forum*, 2009, p. 604–605, 259–266.
- 2) GARCÍA-INFANTA, J. M., ZHILYAEV, A. P., CEPEDA-JIMÉNEZ, C. M., RUANO, O. A., CARRENO, F. *Scripta Materialia*, 2008, vol. 58, p. 138.
- 3) MAZURINA, I., SVIDKOV, O., KAIBYSHEV, R. and MIURA, H. Effect of deformation temperature on microstructure in 2219 aluminium alloy during ECAP. *Rev. Adv. Materials Science and Forum*, December 2007, vol. 559, p. 554–550.
- 4) MCKENZIE, P. W. J., LAPOVOK, R. ECAP with back pressure for optimum strength and ductility in aluminium alloy 6016. Part 2: Mechanical properties and texture. *Acta Materialia*, 2010, vol. 58, p. 3212–3222.
- 5) VALIEV, R., Z., LANGDON, T., G. *Progress in Materials Science*, 2006, vol. 51, p. 881.
- 6) VALIEV, R. Z. The new SPD processing trends to fabricate bulk nanostructured materials. *Rev. Adv. Material Science and Forum*, June 2007, vol. 114, p. 7–18.
- 7) VARYUKHIN, V., SYNKOV, S. and ORLOV, D. Application of twist extrusion. *Rev. Adv. Materials Science and Forum*, January 2006, vol. 504, p. 335–338.
- 8) WEI, L., LIPING, B., GUOYIN, X., WENLI, Z., HONGXIA, W., SHUNQI, W. Transformation matrix analysis on the shear characteristics in multi-pass ECAP processing and predictive design of new ECAP routes. *Materials Science and Engineering*, 2010, A 527, p. 5557–5564.

Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí diplomové práce: **prof. Ing. Stanislav Ruzs, CSc.**

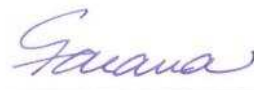
Datum zadání: 17.12.2010

Datum odevzdání: 23.05.2011





prof. Ing. Jiří Hrubý, CSc.
vedoucí katedry



prof. Ing. Radim Farana, CSc.
děkan fakulty

Místopřísežné prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě 23. 5. 2011




.....
podpis studenta

Prohlašuji, že

- jsem byl seznámen s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména § 35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a § 60 - školní dílo.
- beru na vědomí, Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen „VŠB – TUO“) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě bakalářskou práci užít (§ 35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že diplomová práce bude v elektronické podobě uložena v Ústřední knihovně VŠB – TUO k nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o kvalifikační práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB – TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB – TUO, případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB – TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB – TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- beru na vědomí, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě: 23. 5. 2011



.....
podpis

Jméno a příjmení autora práce:

Bc. Michal Salajka

Adresa trvalého pobytu studenta:

Javorová 1, 695 01 Hodonín, Česká republika

ANOTACE DIPLOMOVÉ PRÁCE

SALAJKA, M. *Zvyšování efektivity procesu SPD na zařízení ECAP: diplomová práce*. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra mechanické technologie, 2011, 82 s. Vedoucí práce: Ruzs, S.

Diplomová práce se zabývá zvýšením efektivity procesu vícenásobné plastické deformace (SPD) zařízením ECAP. V první části jsou popsány nové trendy ve vývoji produkce velmi jemnozrnných materiálů. Ty jsou zaměřeny především na metodu protlačování rovnostranným pravoúhlým kanálem (ECAP). V další části jsou popsány nové geometrie nástroje ECAP, u kterých byla provedena analýza jejich vlivu na efektivitu procesu SPD. Byly stanoveny křivky přetvárných odporů, porovnány tvrdosti a analyzovány dosažené struktury. Dále byl ověřen vliv počtu průchodů vzorku nástrojem ECAP na výslednou tvrdost. Byla provedena metalografická analýza vzorků slitiny AlMn1Cu a AlFe1,5Mn. Dále byly porovnány křivky přetvárného odporu získané procesy ECAP a CCDC na zařízení Gleeble s nástavcem MaxStrain.

ANNOTATION OF MASTER THESIS

SALAJKA, M. *Increase Efficiency of SPD Process in the ECAP Tool: Master Thesis*. Ostrava: VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Mechanical Technology, 2011, 82 p. Thesis head: Ruzs, S.

Master thesis is dealing increasing efficiency of severe plastic deformation (SPD) process in the ECAP tool. In first parts are described new trends in development of produce ultra fine grain materials. The method of equal channel angular pressing (ECAP) is focused. In the next part are described new geometry ECAP tools at which was effected analysis theirs influence on efficiency of the process SPD. The curves were determined deformation resistances, compared hardness and analyzed obtained structure. Influence of the number passages ECAP tool was verified at final hardness, furthermore. Metallographic analysis was performed of the samples alloys AlMn1Cu and AlFe1,5Mn. In the next time, curves of deformation resistance were compared in ECAP and CCDC processes (Gleeble simulator with MaxStrain module).

Obsah

Seznam použitého značení.....	9
Seznam použitých zkratk 10	10
Úvod..... 11	11
1 Současný stav vývoje technologií výroby velmi jemnozrnných materiálů se zaměřením na proces ECAP..... 12	12
1.1 Mechanismy plastické deformace u zrn menších než 300 nm	14
1.2 Produkce materiálů s jemnozrnnou a nano strukturou	16
1.3 Protlačování rovnostranným rovinným kanálem (ECAP)	17
1.3.1 Protlačování rovnostranným pravoúhlým kanálem s přidavným krutem.....	23
1.3.2 Cross – ECAP	27
1.4 Nástroj se zabudovanou šroubovicí.....	31
2 Protlačení slitin AlMn1Cu a AlFe1,5Mn klasickým nástrojem ECAP a nástrojem s upravenou geometrií..... 36	36
2.1 Popis a vybavení pracoviště.....	36
2.2 Popis nástrojů ECAP	37
2.2.1 Nástroj ECAP s vychýlením 0°.....	39
2.2.2 Nástroj ECAP s vychýlením 20°.....	40
2.2.3 Nástroj ECAP se zbudovanou šroubovicí 10°.....	41
2.3 Výběr maziva.....	42
2.4 Hliníkové slitiny AlMn1Cu a AlFe1,5Mn (vlastnosti)	43
2.5 Křivky přetvárného odporu	44
2.5.1 Slitina AlMn1Cu	44
2.5.2 Slitina AlFe1,5Mn	47
3 Analýza vlivu konstrukčních úprav u nástroje ECAP zvyšující efektivitu procesu SPD. 50	50
3.1 Slitina AlMn1Cu.....	50
3.2 Matrice nástroje ECAP	50
3.3 Vyhodnocení dosažených výsledků.....	50
3.3.1 Křivky přetvárného odporu.....	50
3.3.2 Dosažená tvrdost.....	54
3.3.3 Dosažená struktura u slitiny AlMn1Cu	55
4 Analýza vlivu počtu průchodů na tvrdost..... 58	58
4.1 Naměřené výsledky metodou HV 10	59
4.2 Naměřené výsledky metodou HV 5	61
5 Metalografické vyhodnocení vzorků..... 65	65

6 Porovnání křivek přetvárného odporu dosažených procesem ECAP s upraveným kanálem a křivek dosažených na zařízení Gleeble s nástavcem MaxStrain.....	67
6.1 Popis zařízení Gleeble 3800 s nástavcem MaxStrain	67
6.2 Srovnání křivek přetvárného odporu	68
7 Celkové vyhodnocení dosažených výsledků.	70
Závěr	72
Seznam použité literatury	74
Seznam příloh.....	76
Přílohy	77

Seznam použitého značení

Značka	Název	Jednotky
$A5$	Prodloužení	[%]
d	Velikost zrna	[nm]
d_c	Kritická velikost zrna	[nm]
$d_{1,2}$	Velikost uhlopříčky vtisku	[mm]
F	Síla	[N]
HRC	Tvrdost podle Rockwella dle metody C	[-]
HRE	Tvrdost podle Rockwella dle metody E	[-]
HV	Tvrdost podle Vickerse	[-]
k	Konstanta (Hall – Petchův vztah)	[-]
m	Třecí faktor	[-]
N	Počet průchodů	[-]
R_m	Mez pevnosti	[N/mm ²]
$R_{p0,2}$	Smluvní mez kluzu	[N/mm ²]
R_1	Vnější poloměr kanálu	[mm]
R_2	Vnitřní poloměr kanálu	[mm]
T_m	Teplota tavení materiálu	[°C]
t_o	Teplota okolí	[°C]
v	Rychlost posuvu	[mm/min]
Z	Kontrakce	[%]
γ	Úhel stoupání šroubovice	[°]
ε	Deformace	[-]
$\dot{\varepsilon}$	Rychlost deformace	[-]
ε_N	Deformace pro N – průchodů	[-]
$\varepsilon_{stř}$	Střední hodnota deformace	[-]
σ_p	Přetvárný odpor	[MPa]
Φ	Úhel přechodu dvou kanálů	[°]
ψ	Úhel délky zaoblení přechodu	[°]
ω	Úhlová rychlost	[rad/s]

Seznam použitých zkratk

ARB	Kumulativní válcování (Accumulative Roll Bonding)
CCDC	Cyklické pěchování v kanálu (Cyclic Channel Die Compression)
CFS	Korekční vzorek (Channel Filling Samples)
Cross – ECAP	Protlačování překříženým rovnostranným pravoúhlým kanálem (Cross - Equal Channel Angular Pressing)
DRECE	Protlačování rovinným kanálem pomocí dvojice válců (Dual Rolling Equal Channel Extrusion)
ECAP	Protlačování rovnostranným pravoúhlým kanálem (Equal Channel Angular Pressing)
FCC	Kubická plošně centrovaná mřížka
FEA	Metoda konečných prvků (Finite Element Analysis)
FEM	Metoda konečných elementů (Finite Element Method)
GBS	Prokluzu po hranicích zrn
GDR	Geometricko – dynamická rekrytalizace (Geometric Dynamic Recrystallization)
HP	Hall – Petchův vztah
HPT	Krut vysokým tlakem (High Pressure Torsion)
HV	Tvrdost podle Vickerse
IGC	Kondenzace inertního plynu (Inert Gas Condensation)
MAC/F	Víceosé lisování/kování (Multiaxial Compression/Forging)
NC	Nanomateriály
PTE	Protlačování nástrojem se dvěma rovinnými a dvěma zakřivenými stěnami (Planar Twist Extrusion)
RCS	Opakované zvlňování a rovnání (Repeated Corrugation and Straightening)
SAED	Elektronová difrakce (Selection Area Electron Diffraction)
SPD	Vícenásobná plastická deformace (Severe Plastic Deformation)
T – ECAP	Protlačování rovnostranným pravoúhlým kanálem s přídatným krutem (Torsional-Equal Channel Angular Pressing)
TE	Protlačování kanálem se zabudovanou šroubovicí (Twist Extrusion)
TEM	Transmisní elektronový mikroskop (Transmission Electron Microscope)
TMP	Termomechanické metody zpracování (Thermomechanical Processing)
UFG	Velmi jemnozrnné materiály (Ultra Fine Grain)

Úvod

Rozvoj produkce velmi jemnozrnných materiálů (Ultra Fine Grain, UFG) zasahuje od konce dvacátého století až do současnosti. Zároveň si troufám tvrdit, že bude i nedílnou součástí výzkumu a produkce konstrukčních materiálů v celém 21. století. Půjde především o tváření neželezných kovů na bázi hliníku, mědi, titanu a dalších, které se díky svým nově nabytým mechanickým vlastnostem budou stávat novými konstrukčními materiály. Vždyť už v současnosti mají nanomateriály své místo v oblasti strojírenského, automobilového, farmaceutického, kosmického a vojenského průmyslu.

V současnosti probíhá celosvětový vývoj nových metod vhodných k produkci UFG materiálů. Tento vývoj probíhá ve spolupráci s producenty materiálů, výzkumnými ústavy a v neposlední řadě je do něj zapojena většina technických univerzit.

UFG materiály dostávají stále vyšší oblibě hlavně kvůli svým výjimečným mechanickým vlastnostem. Vyznačují se zvýšenou pevností, vyšší odolností proti únavě a zachováním dobré tvařitelnosti [2]. Lze je tedy použít k dalším tvářecím procesům a vyrábět tak výrobky, které se vyznačují např. vyšší pevností, odolností proti únavě, ale současně jsou lehčí než výrobky mající stejné vlastnosti vyrobené z klasických konstrukčních materiálů.

K produkci UFG materiálů slouží celá řada metod. Nejúčinnější jsou metody založené na vícenásobné plastické deformaci (Severe Plastic Deformation, SPD). Mezi nejvýznamnější metody využívající vícenásobnou plastickou deformaci patří protlačování rovnostranným rovinným kanálem (Equal Channel Angular Pressing, ECAP), vysokotlaký krut (High Pressure Torsion, HPT), protlačování kanálem se zabudovanou šroubovicí (TE, Twist Extrusion) a další. Bylo vyvinuto také několik metod k produkci UFG plechů, jako např. kumulativní válcování (Accumulative Roll Bonding, ARB), opakované zvlňování a rovnání (Repeated Corrugation and Straightening, RCS) a protlačování rovinným kanálem pomocí dvojice válců (Dual Rolling Equal Channel Extrusion, DRECE).

V mé diplomové práci se v první části zaměřím na nové trendy ve vývoji produkce velmi jemnozrnných materiálů procesem ECAP. V další části shrnu dosažené výsledky experimentálního protlačování hliníkových slitin třemi nástroji ECAP, kterého jsem se čtyři roky aktivně účastnil. Během této doby prošlo pracoviště modernizací, byly navrženy nové konstrukční úpravy nástroje ECAP a pracuje se na nové metodice vyhodnocování vzorků.

1 Současný stav vývoje technologií výroby velmi jemnozrnných materiálů se zaměřením na proces ECAP.

Velmi jemnozrnné materiály jsou definovány jako polykrystaly s průměrnou velikostí zrna v rozsahu od 100 nm - 1000 nm, tj. menší než 1 μm. Do skupiny UFG materiálů spadají také nanomateriály (NC) s velikostí zrna v rozsahu od 10 nm - 100 nm.

Rostoucí zájem o UFG materiály vyvstává především ze dvou důvodů. Za prvé, je známo, že ve všech slitinách Hall – Petchův mechanismus přispívá ke zpevňování materiálu při pokojové teplotě vztahem (1) [1]:

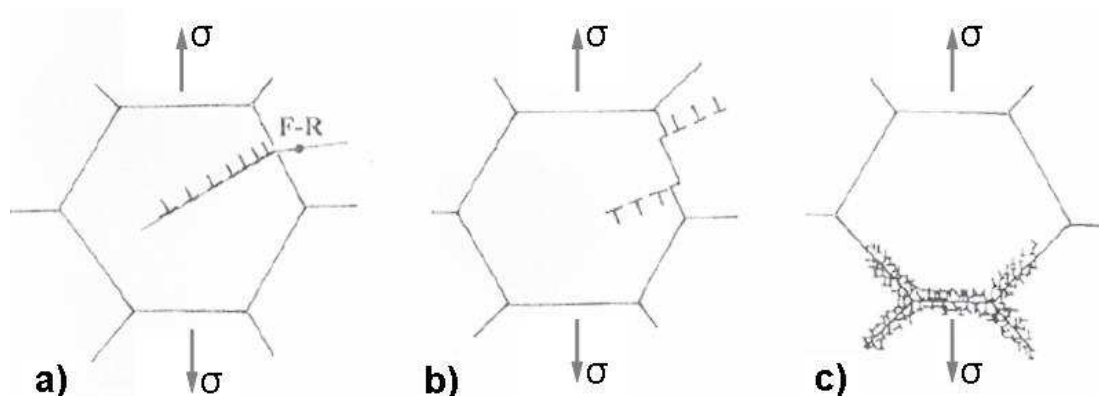
$$\sigma_y = \sigma_o + k \cdot d^{-1/2} \quad (1)$$

Kde:

σ_y je mez kluzu, σ_o je napětí charakterizující odolnost k pohybu dislokací uvnitř zrna, k je konstanta závisící na mechanismu prostupu smyku přes hranice zrn, d je velikost zrna [1]. Z tohoto vztahu lze tedy usuzovat, že UFG materiály mají vyšší pevnost než klasické „hrubozrnné“ materiály.

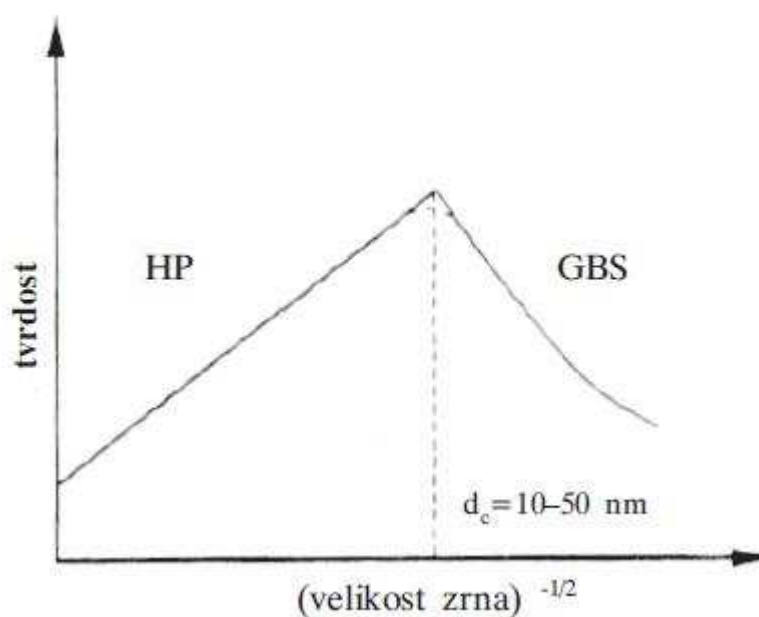
K vysvětlení Hall – Petchova vztahu slouží řada mechanismů. Mezi nejznámější patří mechanismy od Cottrella, Lia, Myerse a Ashwortha, které jsou znázorněné na obr. 1. 1 [1].

- Cottrell (a) – dislokace se hromadí před hranicí zrna, při určitém napětí spustí Frank – Readův zdroj v sousedním zrně a deformace se tak šíří zrnem a posléze celým materiálem.
- Li (b) – při deformaci se vytvářejí dislokace na výběžcích hranic zrn.
- Myers a Ashworth (c) – dislokace vznikají na hranicích zrn a vytvářejí na nich zpevňující vrstvu.



Obr. 1. 1 Zobrazení modelů vysvětlující Hall – Petchův vztah [1].

Výzkumem bylo zjištěno, že Hall – Petchův vztah platí do velikosti zrna 20 nm – 30 nm, pak se přestává pevnost zvyšovat nebo dokonce začíná klesat. Tato závislost je zobrazena na obr. 1. 2 [1].



Obr. 1. 2 Závislost tvrdost – velikost zrna [1].

HP – Hall – Petchův vztah, GBS – pokluzy po hranicích zrn.

V oblasti pod kritickou velikostí zrna d_c přestávají údajně působit dislokační mechanismy. Tato oblast se nazývá inverzní Hall – Petchův vztah a platí zde vztah (2) [1]:

$$\sigma_y \approx -k \cdot \frac{1}{\sqrt{d}} \quad (2)$$

Za druhé, je známo, že materiály s velmi malými průměry zrn ($< 10 \mu\text{m}$) mají vyšší

citlivost k rychlosti deformace a větší prodloužení zrna než dojde k porušení při zvýšených teplotách projevující se u superplatického chování. Nicméně, toto superplatické chování je obvyklé při vysoké teplotě ($> 0,5 T_m$, teplota tavení) a velmi pomalé rychlosti deformace ($< 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). UFG materiály vykazují charakteristické rysy superplastického chování při nižších teplotách a vyšších rychlostech deformace což je činní praktičtější pro průmyslovou výrobu [2].

Tato kombinace vlastností činní UFG materiály vhodné pro operace jako kování, protlačování nebo obrábění, jak z hlediska tvařitelnosti, tak energetické náročnosti a z toho plynoucí úspory nákladů.

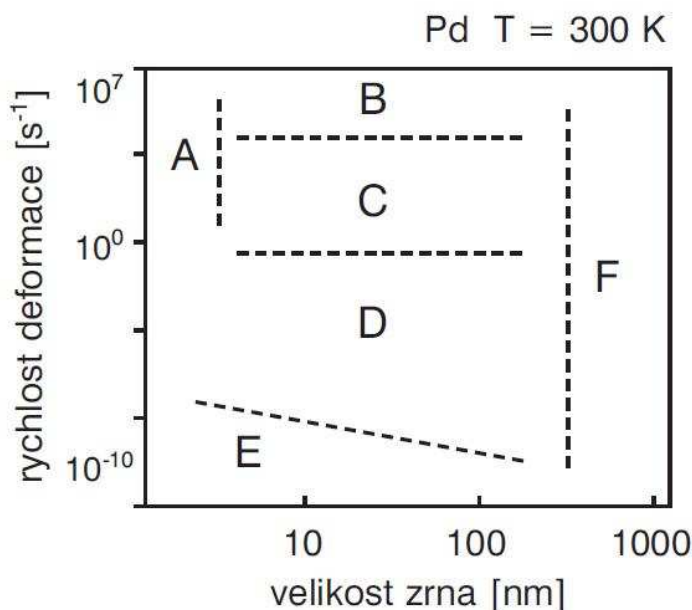
1.1 Mechanismy plastické deformace u zrn menších než 300 nm

U UFG materiálů a NC materiálů se při studiu deformačních procesů ukázalo, že přestává působit dominantní vliv dislokačního skluzu, který je hlavním mechanismem plastické deformace u polykrystalických kovů s velikostí zrna větší než 300 nm. Důvodem tohoto chování je rostoucí plocha hranic zrn umožňující větší nahromadění dislokací v hranicích zrn a jejich anihilaci, vzrůstající počet trojných bodů, lokalizace deformace do stříhových pásů, vymizení dislokací u zrn menších než 100 nm a další [1].

U kovů s FCC mřížkou (Al, Cu, Pd,...) se v závislosti na velikosti zrn a rychlosti deformace uplatňují při teplotě 300 K tyto mechanismy [1]:

- Dislokační skluz,
- pokluzy po hranicích zrn,
- vytváření sítí dvojčat,
- koplanární dvojčatění spolu s pokluzy po hranicích zrn a rotací zrn,
- působení parciálních dislokací spolu po hranicích zrn a rotací zrn,
- Cobleův creep.

Byla provedena řada experimentálních zkoušek (tahová zkouška, creep, molekulárně dynamické simulace) na vzorcích Pd s velikostí zrna $< 10 \text{ nm}$ a ze získaných dat byla vytvořena deformační mapa, která je zobrazena na obr. 1. 3 [1]. Deformační mapa má pouze kvalitativní charakter.



Obr. 1. 3 Deformační mapa pro Pd [1].

Legenda:

- A – dominují pokluzy po hranicích zrn
- B – síť dvojčat
- C – koplánární dvojčatění a pokluzy po hranicích zrn spojené s jejich rotací
- D – parciální dislokace a pokluzy po hranicích zrn spojené s jejich rotací
- E – Cobleův creep
- F – standardní dislokační mechanismy

Podle Y. T. Zhua lze rozdělit deformační mechanismy v nanokovech podle velikosti zrna do tří oblastí: < 10 nm, 10 nm – 50 nm, 50 nm – 100 nm. Toto rozdělení je vhodné především pro kovy s FCC mřížkou (Al, Cu) a kovy se střední nebo vysokou energií vrstevných chyb.

Nanomateriály se zrny < 10 nm: v těchto materiálech se nachází velký podíl atomů v blízkosti nebo na hranicích zrn. Převažující mechanismy jsou pokluzy po hranicích zrn s rotací zrn [1].

Nanomateriály se zrny o velikosti od 10 nm – 50 nm: zde dle dosavadního výzkumu nejsou zcela přesné závěry. Některé výsledky ze zkoumání in - situ transmisní elektronovou mikroskopií naznačují na vzorcích Ni výskyt dislokačního skluzu, jiné výsledky poukazují na výskyt dvojčatění. Při molekulárně – dynamické simulaci byl u kovů s vysokou energií vrstevných chyb zjištěn mechanismus emise parciálních dislokací z hranic zrn za vzniku mikrodvojčat [1].

Nanomateriály se zrny o velikosti od 50 nm – 100 nm: u těchto materiálů se vyskytuje především dislokační skluz. Uvnitř zrn nejsou významné zdroje dislokací. Dislokace se shromažďují na hranicích zrn [1].

1.2 Produkce materiálů s jemnozrnnou a nano strukturou

K produkci UFG materiálů už bylo vyvinuto mnoho metod. Tradiční metodou k získání jemnozrnné struktury je použití termomechanických metod zpracování (TMP), kde je pozorovaný kontinuální proces rekrytalizace označovaný jako geometricko - dynamická rekrytalizace (GDR). Omezením TMP metod je produkce zrna o velikosti 1 μm - 10 μm . Zjemňování velikosti zrna je dosaženo speciálně navrženým tepelným zpracováním, což vede ke zvýšení nákladů. TMP metody proto nejsou vhodné z ekonomických důvodů k „velkosériové produkci“ UFG materiálů. Jsou však vhodné k produkci jemnozrnné struktury méně objemných vzorků.

Mezi další metody patří kondenzace inertního plynu (IGC), mletí v kulových mlýnech s následnou konsolidací (High-Energy Ball Milling) a kluzový otěr v jehož důsledku dochází ke zmenšení velikosti zrna (Sliding Wear). Tyto metody jsou velice účinné při zjemňování velikosti zrna až do nano rozměrů. To vše bez přítomnosti rozsáhlého tepelného zpracování. Nevýhodou těchto metod je, že k produkci UFG materiálů využívají zhutňování nanoprášků a tak nejsou schopny produkovat masivní¹ vzorky. Proto nejsou tyto metody vhodné k průmyslové výrobě UFG materiálů.

Jako nejvhodnější metody k produkci UFG materiálů se jeví metody patřící do skupiny nazývané se „top – down“. Tyto metody ke zjemnění hrubozrnné struktury využívají vícenásobnou plastickou deformaci. Na rozdíl od konvenčních způsobů využití plastické deformace, jako je válcování za studena či tažení, mohou metody SPD rychle dosáhnout velmi jemnozrnné mikrostruktury při nízkých teplotách s využitím vysokého tlaku. Struktury se skládají z velkého počtu zrn s vysokými úhly hranic zrn ($> 15^\circ$) v submikroskopickém rozsahu poskytující výrazné změny vlastností [7]. Dále je metodami SPD možné produkovat masivní vzorky a proto mají velký potenciál v průmyslové praxi.

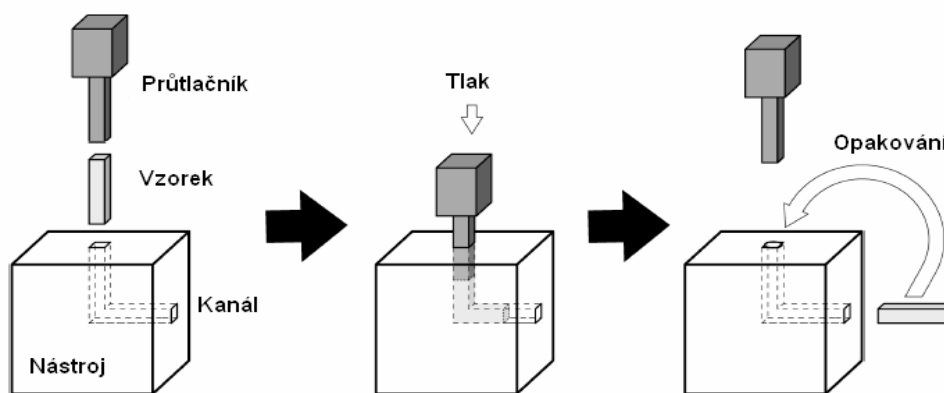
Od počátku 90. let byla vyvinuta řada metod vhodných k produkci UFG materiálů vícenásobnou plastickou deformací. Dalším významným rysem těchto metod je, že nedochází k rozměrovým změnám vzorku. Je tedy možné celý proces opakovat a dosahovat tak ještě větší vnesené deformace přispívající ke zjemňování zrna. Mezi nejvýznamnější metody využívající vícenásobnou plastickou deformaci patří protlačování rovnostranným rovinným kanálem (Equal Channel Angular Pressing, ECAP), vysokotlaký krut (High Pressure Torsion, HPT), protlačování kanálem se zabudovanou šroubovicí (TE, Twist Extrusion) a další. Bylo vyvinuto také několik metod k produkci UFG plechů, jako např. kumulativní válcování (Accumulative Roll Bonding, ARB), opakované zvlňování a rovnání

¹ Masivní materiály (bulk materials) – materiály tvořené velkým objemem hmoty.

(Repeated Corrugation and Straightening, RCS) a protlačování rovinným kanálem pomocí dvojice válců (Dual Rolling Equal Channel Extrusion, DRECE).

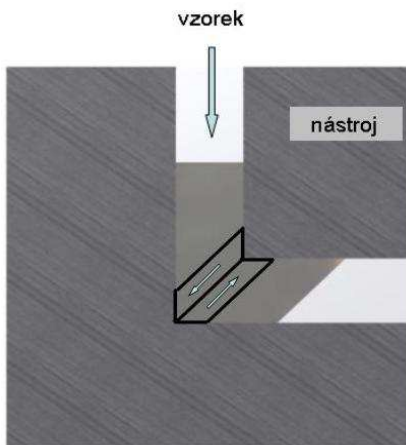
1.3 Protlačování rovnostranným rovinným kanálem (ECAP)

Tato metoda vhodná k produkci masivních velmi jemnozrnných materiálů vznikla na konci 70. let v Rusku. Princip této metody je zobrazen na obr. 1. 4. Vynálezcem byl V. M. Segal, který jako první navrhl nástroj se dvěma protínajícími se kanály pod úhlem Φ . O rozvoj této metody se nejvíce zasloužil R. Z. Valiev.



Obr. 1. 4 Princip protlačování metodou ECAP.

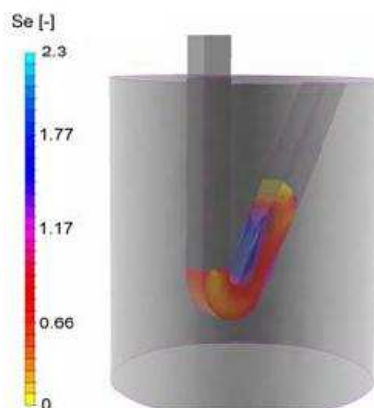
Tato metoda je založena na vícenásobné plastické deformaci vzorků obvykle čtvercového nebo kruhového průřezu, která se uskutečňuje prostým stříhem, jak je vidět na obr. 1. 5. Pro zjednodušení jsou zvoleny úhly $\Phi = 90^\circ$ a $\psi = 0^\circ$, pak se teoretická rovina stříhu vyskytuje na rozhraní přechodu jedné části kanálu do druhé.



Obr. 1. 5 Zobrazení stříhových rovin u nástroje ECAP.

Technologie ECAP se po celou dobu vývoje jeví jako nejefektivnější metodou SPD k produkci UFG materiálů. Proto se této metodě věnuje mnoho pozornosti na mezinárodní vědecké půdě. Bylo navrženo a v praxi odzkoušeno mnoho modifikací nástroje ECAP, které měly a mají vést k ještě většímu zjemnění struktury a tím k lepším mechanickým vlastnostem. Jako příklad lze uvést různé změny a kombinace úhlů Φ a ψ nástroje ECAP, vyosení 10°-20° horizontálního kanálu nástroje ECAP a zařazení šroubovice do horizontálního kanálu nástroje ECAP, kterými se zabývá VŠB – TUO, FS, Katedra mechanické technologie.

Jak již bylo napsáno výše, princip metody ECAP spočívá v protlačení vzorku kanálem nástroje, kdy na vzorek působí velký stupeň deformace. Kanál nástroje se vyznačuje dvěma úhly. Úhel Φ , kterým označujeme přechod dvou kanálů a úhel ψ , kterým označujeme délku zaoblení přechodu kanálu. Hlavní vliv na velikost deformačního napětí ve vzorku při průchodu rovinou stříhu má úhel Φ . Jeho velikost se v ideálním případě pohybuje v rozmezí 90° - 135°. Při velikosti úhlu $\Phi = 90^\circ$ se velikost vnesené deformace při jednom průchodu nástrojem ECAP rovná přibližně 1 [3]. Byla publikována studie, kde byla provedena simulace procesu ECAP s nástrojem s úhlem Φ v rozmezí 30°, 60° a 110° (obr. 1. 6). Bylo zjištěno, že při menších úhlech Φ dochází k vyšší ekvivalentní deformaci, ale také k vyšší nehomogenitě v jeho distribuci [4].

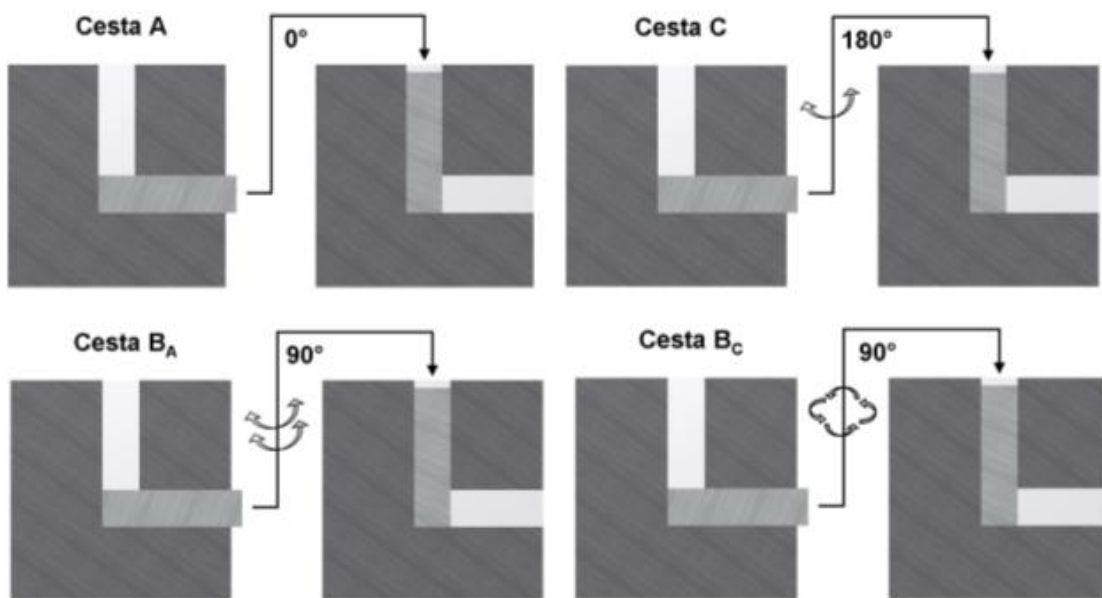


Obr. 1. 6 Rozložení vnesené deformace nástrojem ECAP s $\Phi = 30^\circ$ [4].

Pro dosažení výsledné mikrostruktury jsou důležité tyto technologické parametry:

- Geometrie nástroje,
- velikost a rychlost deformace,
- zvolená procesní cesta,
- teplota procesu,
- počet průchodů,
- mazání.

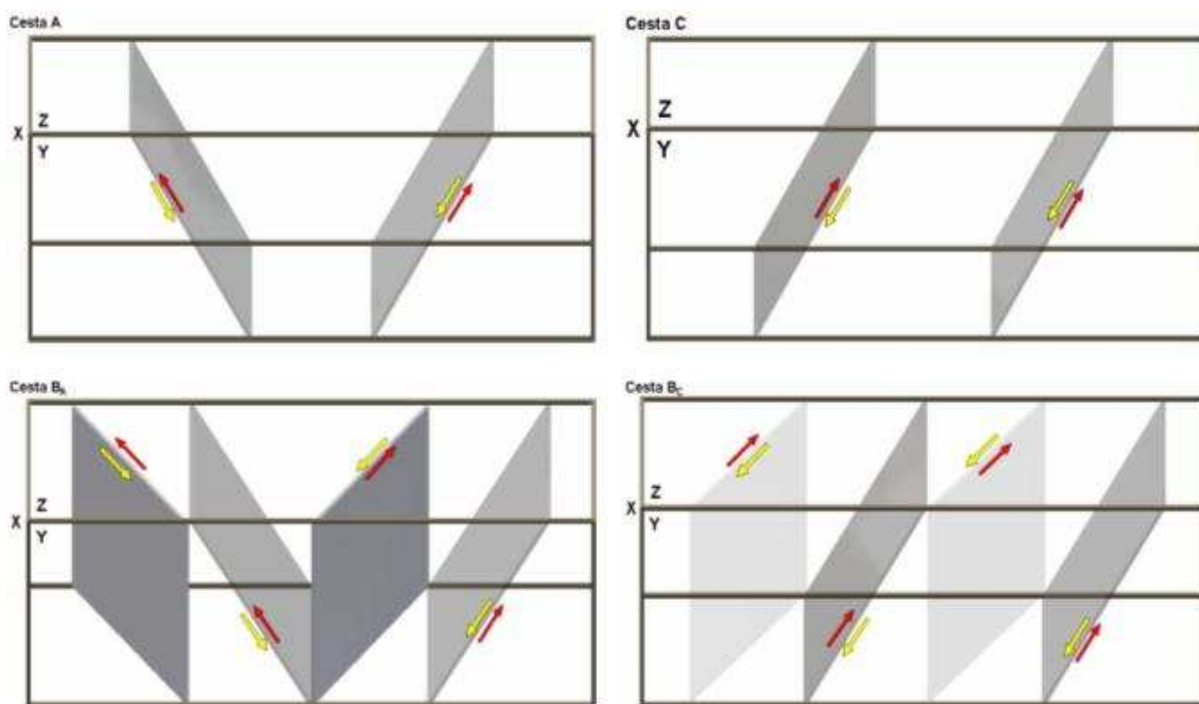
Jelikož proces ECAP patří mezi metody SPD, nedochází ke změně rozměrů vzorku po průchodu nástrojem ECAP. Tato vlastnost umožňuje vyšetření různých procesních cest a jejich vlivu na výslednou mikrostrukturu. Rotací vzorku během následujícího průchodu můžeme ovlivnit charakteristiku stříhového namáhání. K tomuto účelu máme k dispozici čtyři základní deformační cesty, které označujeme jako A , B_A , C a B_C . Průběh rotace jednotlivých cest je zobrazen na obr. 1. 7.



Obr. 1. 7 Zobrazení čtyř typických cest průchodů nástrojem ECAP.

U cesty A je vzorek opakovaně protlačen bez rotace, tím vznikají ve struktuře protáhlé zrna ve směru protlačení. Cesta B_C je specifická rotací vzorku o 90° mezi jednotlivými průchody. Tím je dosaženo homogenní struktury s velkými úhly hranic zrn. Cesta B_A se od cesty B_C liší smyslem rotace vzorku mezi jednotlivými průchody. U cesty C vzorek rotuje o 180° při každém průchodu [5].

Na obr. 1. 8 jsou znázorněny střížné roviny u jednotlivých procesních cest protlačování. Střížné roviny jsou závislé na počtu průchodů.



Obr. 1. 8 Zobrazení vývoje střižných rovin pro jednotlivé procesní cesty.

Při vícenásobném protlačení nástrojem ECAP dochází ke vzniku nových střižných rovin, které se vzájemně protínají. Tím dochází ke zmenšení střední velikosti zrna v důsledku nahromadění velkého množství deformace. Rovnice popisující výpočet deformace po jednom průchodu má tvar (3) [2]:

$$\varepsilon = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \left[2 \cdot \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \cos ec\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \right] \quad (3)$$

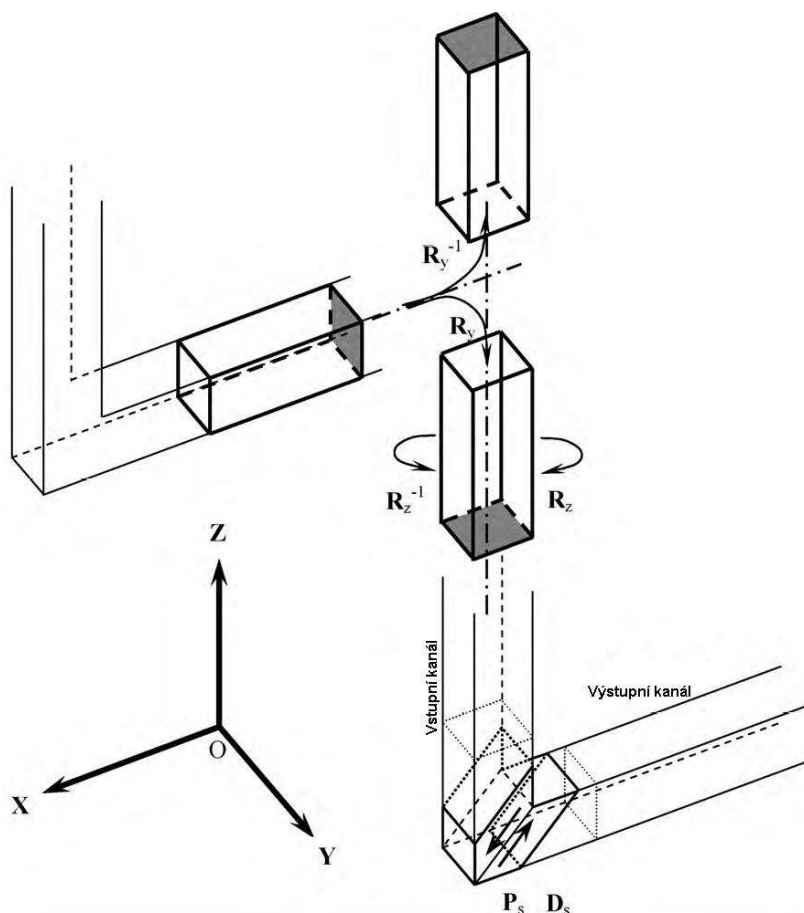
Rovnice pro N průchodů je upravena do tvaru (4) [2]:

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \cdot \left[2 \cdot \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \cos ec\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \right] \quad (4)$$

Z rovnic jasně vyplývá, že velikosti deformace je závislá na úhlech Φ a ψ a dále na počtu průchodů.

Vývoj nové procesní cesty B_{C-UD2}

Jak již bylo řečeno výše, cesta B_C je vhodná k získání homogenní struktury, ale je méně účinná pro precipitační redistribuci. Naproti tomu, cesta B_A je účinnější v precipitační redistribuci, ale produkuje prodlouženou strukturu. Pro spojení výhod těchto dvou cest vznikla cesta B_{C-UD2} . Princip cesty B_{C-UD2} je znázorněn na obr. 1. 9 [6].



Transformační matice pro jednotlivé průchody nástrojem ECAP		
Cesta	2n průchod	(2n+1) průchod
A	$P(A)=P_s R_y$	
	$D(A)=D_s R_y$	
B_A	$P_e(B_A)=P_s R_z R_y$	$P_o(B_A)=P_s R_z^{-1} R_y$
	$D_e(B_A)=D_s R_z R_y$	$D_o(B_A)=D_s R_z^{-1} R_y$
B_C	$P(B_C)=P_s R_z^{-1} R_y$	
	$D(B_C)=D_s R_z^{-1} R_y$	
C	$P(C)=P_s R_z^2 R_y$	
	$D(C)=D_s R_z^2 R_y$	
B_{C-UD2}	$P_e(B_{C-UD2})=P(B_C)$	$P_o(B_{C-UD2})=P_s R_z^{-1} R_y^{-1}$
	$D_e(B_{C-UD2})=D(B_C)$	$D_o(B_{C-UD2})=D_s R_z^{-1} R_y^{-1}$

Legenda: P - transformační matice rovin
 D - transformační matice směru
 e - označení sudých protlačení
 o - označení lichých protlačení

Obr. 1. 9 Princip procesní cesty B_{C-UD2} a zobrazení transformačních matic pro různé procesní cesty při procesu ECAP [6].

Cesta B_{C-UD2} vychází z cesty B_C , ale vzorek je jednou za dva průchody vložen obráceně, rotace tedy můžou být vyjádřeny násobením matic rotace (5) :

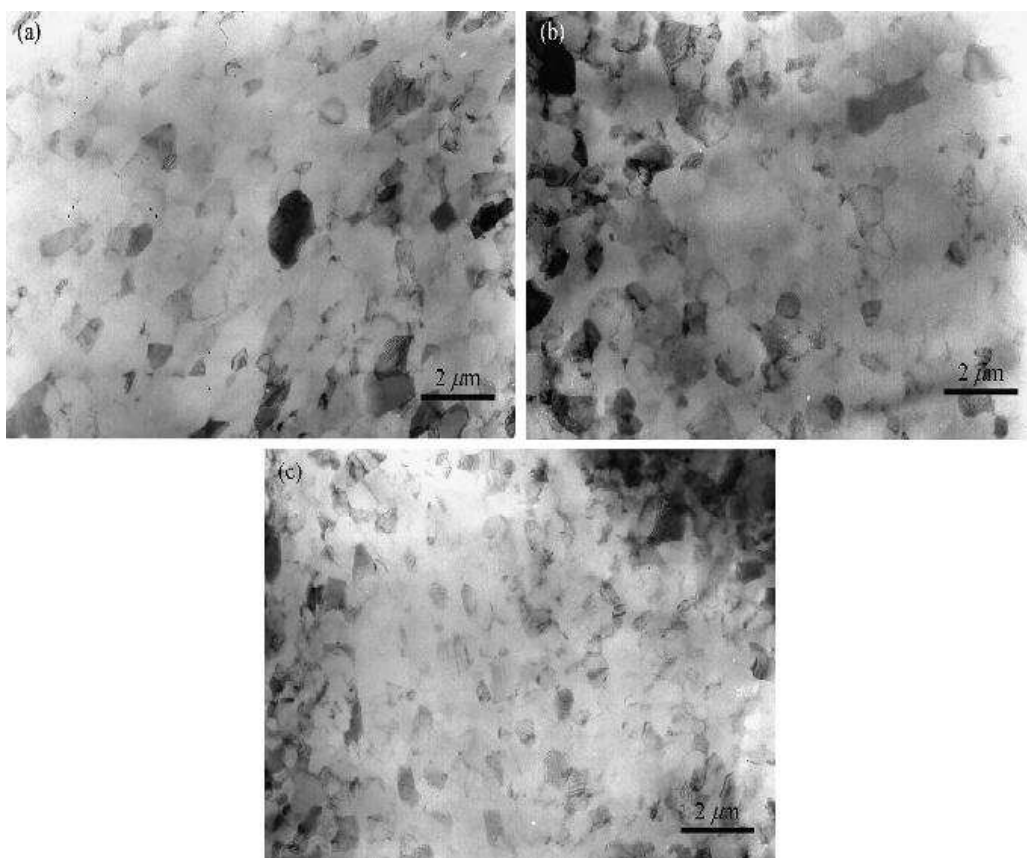
$$(R_Z^{-1}R_Y)(R_Z^{-1}R_Y^{-1})(R_Z^{-1}R_Y)(R_Z^{-1}R_Y^{-1})(R_Z^{-1}R_Y)(R_Z^{-1}R_Y^{-1})(R_Z^{-1}R_Y)(R_Z^{-1}R_Y^{-1}) \quad (5)$$

Cesta B_C může být vyjádřena násobením matic rotace (6):

$$(R_Z^{-1}R_Y)(R_Z^{-1}R_Y)(R_Z^{-1}R_Y)(R_Z^{-1}R_Y)(R_Z^{-1}R_Y)(R_Z^{-1}R_Y)(R_Z^{-1}R_Y)(R_Z^{-1}R_Y) \quad (6)$$

Experimentálně byla ověřena účinnost cesty $B_C - UD2$ v porovnání s cestou B_A a B_C na vzorcích z čistého hliníku. Experiment byl proveden s nástrojem ECAP s úhly kanálu $\Phi = 90^\circ$ a $\psi = 16^\circ$. Bylo provedeno celkem osm průchodů. Vyhodnocení struktury vzorků bylo provedeno na transmisním elektronovém mikroskopu (TEM).

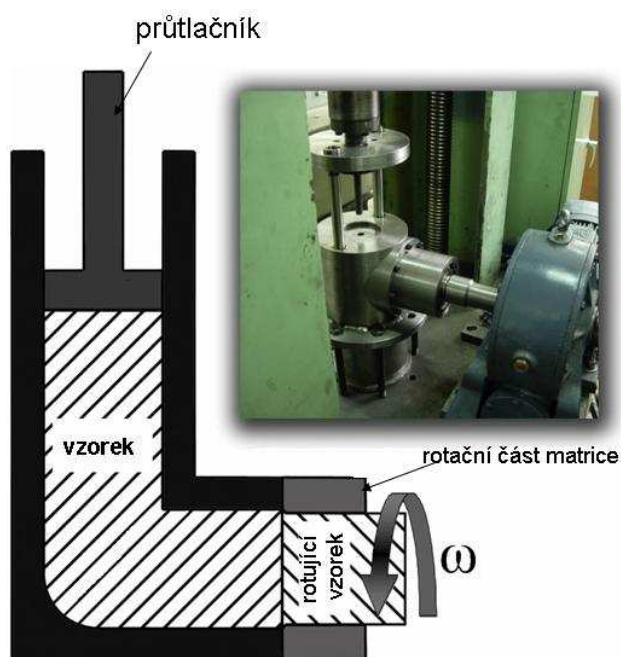
Obr. 1.10 zobrazuje strukturu čistého hliníku po protlačení nástrojem ECAP. U vzorku protlačeného kanálem cestou B_A můžeme vidět uspořádané a podlouhlé zrna (obr. 1.10a), u vzorku protlačeného kanálem cestou B_C jsou zrna rovnoosá a homogenní (obr. 1.10b) a u cesty $B_C - UD2$ jsou zrna mnohem jemnější a rozložení je více homogenní (obr. 1.10c). Z toho vyplývá, že cesta $B_C - UD2$ je mnohem účinnější ve zjemnění zrna a vytváření homogenní struktury než cesta B_A a B_C [6].



Obr. 1. 10 Snímky TEM pro vzorky podrobené osmi průchodům procesu ECAP, B_A (a), B_C (b) a $B_C - UD2$ (c) [6].

1.3.1 Protlačování rovnostranným pravoúhlým kanálem s přidavným krutem (T – ECAP)

Jedná se o modifikaci klasického nástroje ECAP, kde část výstupního kanálu rotuje kolem své osy. Touto rotací vzniká další střížná deformace, která je vnesena do vzorku během jeho průchodu kanálem. Díky tomu je výsledné zjemnění zrna rychlejší než u klasického nástroje ECAP. Schéma nástroje je na obr. 1.11 [9].



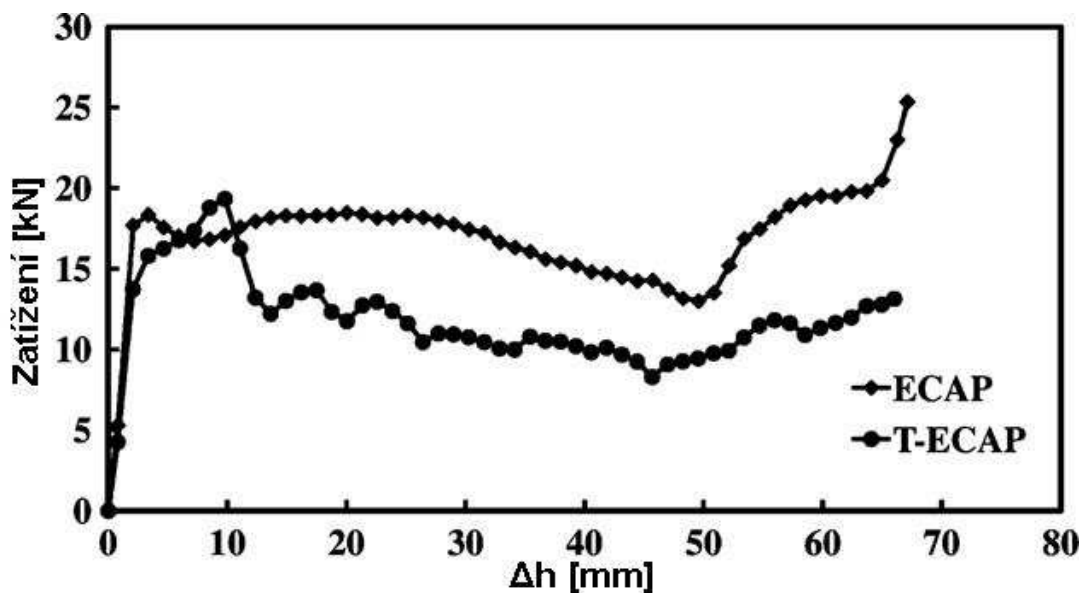
Obr. 1. 11 Princip metody T – ECAP [9].

Proces ECAP byl porovnán s procesem T – ECAP s ohledem na požadovanou zatěžovací sílu potřebnou k vykonání procesu, pravděpodobnou velikostí efektivní deformace, která může být vyvozena jedním průchodem a rozložením deformace ve vzorcích. Dále byla porovnána tvrdost a její rozložení ve vzorku v závislosti na různých procesních cestách. K tomuto účelu byla použita metoda FEM pomocí numerického simulačního programu ABAQUS/Explicit Simulation [9].

Jako výchozí materiál byl použit čistý hliník AA1050. Vzorky o průměru 14 mm a délky 70 mm byly žíhané při 450 °C po dobu 2 hod. a chlazeny v peci při rychlosti ochlazování 25 °C/h. Tvrdost hliníku byla 23 HV [9].

Dosažené výsledky:

Obr. 1.12 zobrazuje křivku závislosti zatížení – posunutí pro procesy ECAP a T – ECAP. Snížení potřebného zatížení u procesu T – ECAP je připisováno rotaci výstupního kanálu, který má menší kontaktní plochu a tím i menší tření [9].



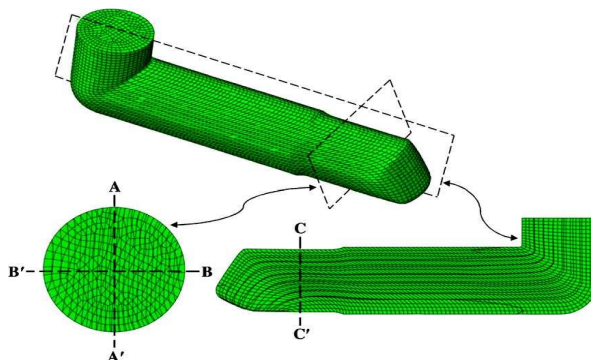
Obr. 1. 12 Křivka závislosti zatížení – posunutí pro procesy ECAP a T – ECAP [9].

Obr. 1.13 zobrazuje model vzorku, který byl použit pro FEA simulaci procesu T – ECAP a vzorek po průchodu nástrojem T – ECAP. Můžeme zde vidět dobrou shodu mezi tvarem deformovaného vzorku získaného při experimentu a tvarem vzorku z FEA [9].



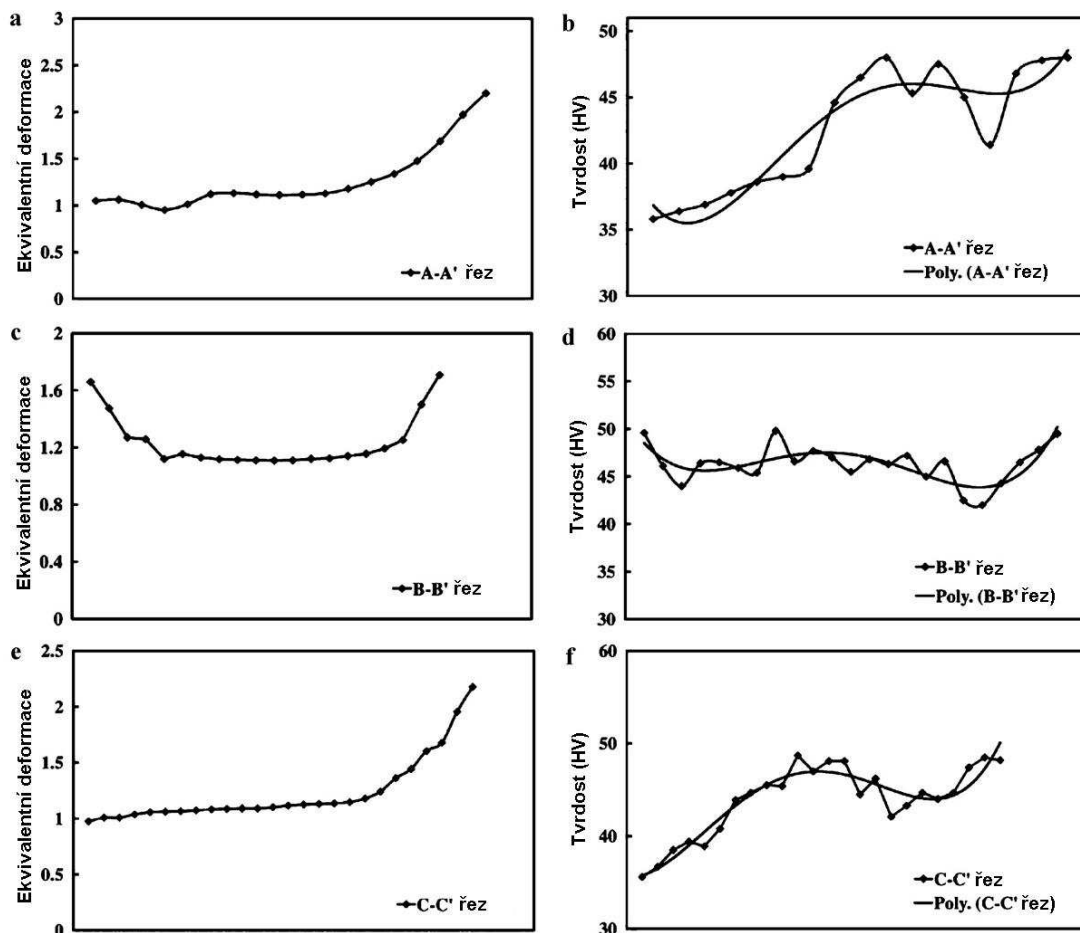
Obr. 1. 13 Zobrazení vzorku po procesu T – ECAP a vzorku použitého pro simulaci procesu T - ECAP [9].

Na obr. 1.14 jsou zobrazeny oblasti, které byly použity při studiu tvrdosti a vnesené deformace.



Obr. 1. 14 Jednotlivé oblasti vzorku [9].

Obr. 1.15 zobrazuje rozložení experimentálně dosažených tvrdostí a simulací dosažených deformací v různých částech zpracovaných vzorků procesem ECAP.

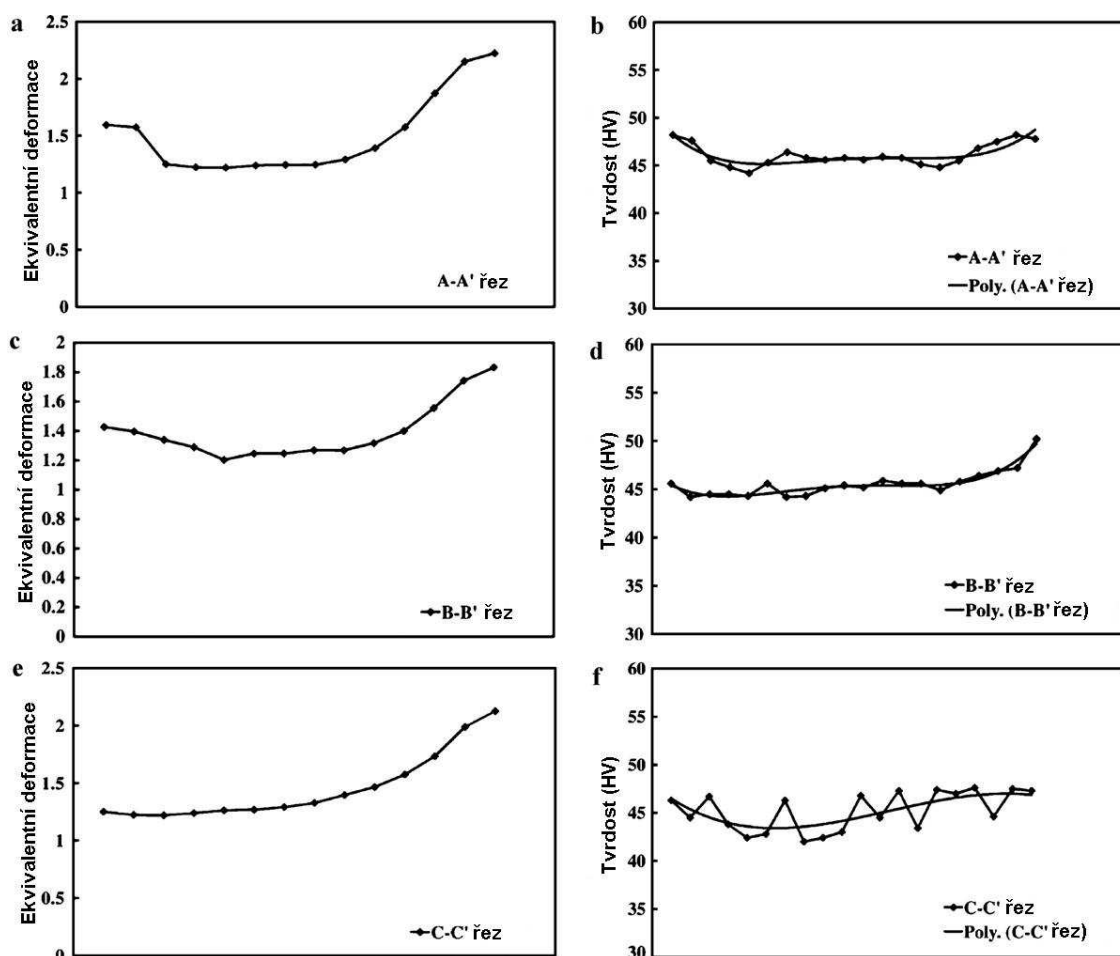


Obr. 1. 15 Simulací dosažené rozložení deformace experimentálně dosažené tvrdosti v různých částech vzorku po procesu ECAP [9].

Dosažená deformace v řezu A – A' a C – C' vykazuje nejmenší hodnotu v nejbližším okolí vnějšího zaoblení kanálu. To ukazuje na tvoření rohové mezery, tzv. mrtvé zóny. V tomto místě je protlačovaný materiál zachycen a zbývající část materiálu teče přes tento zachycený materiál. Zachycený materiál v rohové mezeře podléhá minimální deformaci. V řezu B – B' má deformace stálou hodnotu téměř v celé části vzorku s výjimkou hodnot v blízkosti krajů [9].

Rozložení tvrdosti ve všech částech vykazuje dobrou shodu mezi experimentálně získanými hodnotami a tvrdostí předpověděnou simulací. Pro lepší znázornění je zde uvedena křivka trendu. Tato skutečnost ukazuje na přímý vztah mezi nahromaděnou deformací a tvrdostí vzorku [9].

Obr. 1.16 zobrazuje rozložení experimentálně dosažených tvrdostí a simulací dosažených deformací v různých částech zpracovaných vzorků procesem T – ECAP [9].

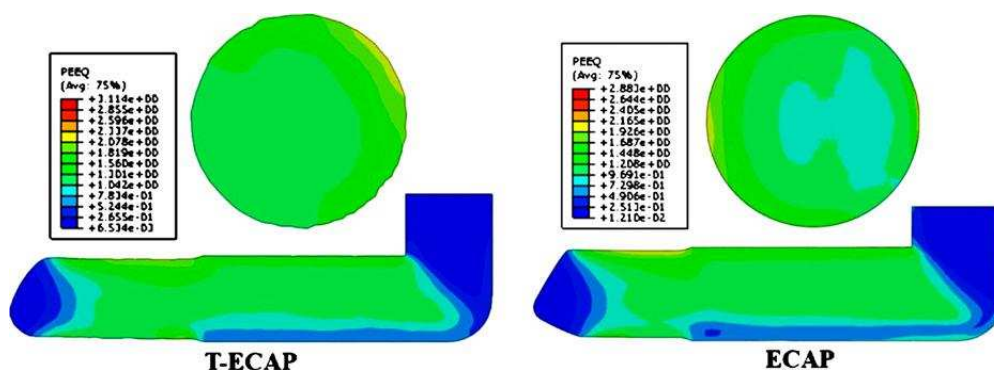


Obr. 1. 16 Simulací dosažené rozložení deformace experimentálně dosažené tvrdosti v různých částech vzorku po procesu T - ECAP [9].

Rozložení dosažené deformace v řezu A – A' má stejný vývoj jako rozložení deformace ve stejné části vzorku získané pomocí procesu ECAP. Zmizela však minimální hodnota deformace v nejbližším okolí vnějšího zaoblení kanálu, což je dáno přídavnou deformací vyvozenou rotační částí výstupního kanálu. Hodnoty deformace se u procesu T – ECAP zvýšily o 60 % v porovnání s procesem ECAP. Toto zvýšení je přisuzováno vnesené deformaci vyvozené rotační částí kanálu. Rozložení deformací na zbývajících dvou řezech vykazuje identický trend, jako rozložení deformace na stejných částech vzorku protlačeného nástrojem ECAP [9].

Rozložení tvrdosti vykazuje dobrou shodu s rozložením deformací ve všech částech vzorku potlačeného nástrojem T – ECAP [9].

Obr. 1.17 zobrazuje rozložení deformace na kolmém a podélném řezu vzorku získaného simulací procesu ECAP a T – ECAP. Z obrázku plyne, že proces T – ECAP produkuje vyšší hodnoty a jednotnější rozložení deformace [9].

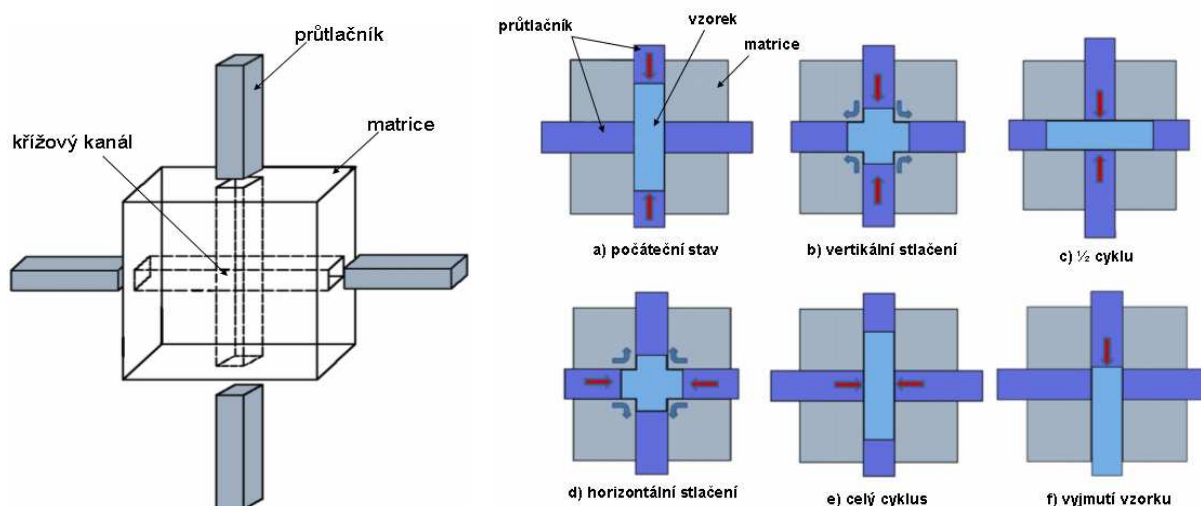


Obr. 1. 17 Rozložení deformace ve vzorcích po procesu T – ECAP a ECAP [9].

T – ECAP by tedy mohl být vhodnou metodou k dosažení jemnozrnné struktury a dobrých mechanických vlastností. Výhodou této metody je, že nevyžaduje více průchodů, snižuje požadované deformační zatížení a vyvolává zvýšenou deformaci ve vzorku rotací výstupního kanálu. Nevýhodou je ovšem povrchové porušení vzorku, které je dobře patrné na obr. 1.13. Toto porušení je způsobeno právě rotací vzorku v rotační části kanálu. Z tohoto důvodu je tedy zapotřebí výraznějšího opracování výstupních vzorků před dalším využitím.

1.3.2 Cross – ECAP

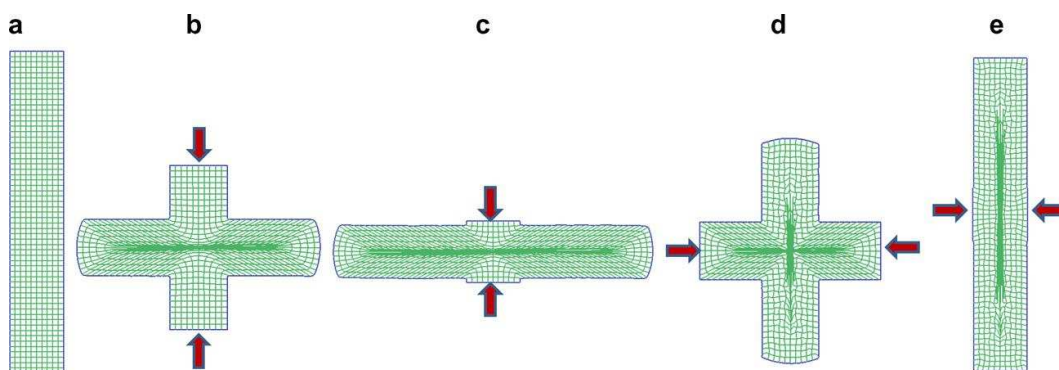
Další metodou, která zvyšuje účinnost klasického nástroje ECAP je metoda Cross – ECAP. Obr. 1.18 zobrazuje schéma procesu Cross – ECAP. Matrice se skládá z dvou rovinných kanálů, které jsou na sebe kolmé a vytvářejí tak křížový profil ve střední části nástroje. K protlačování materiálu kanály Cross – ECAP nástroje slouží čtyři průtlačníky. Obr. 1.19 zobrazuje sled operací v jednom výrobním cyklu Cross – ECAP. Nejprve je vzorek umístěn ve vertikálním kanálu a poté je stlačen průtlačníky. Vzorek se deformuje a přesouvá se do horizontálního kanálu, jak je vidět na obr. 1.19a – c. Dál následuje stlačení průtlačníky v horizontálním kanále a vzorek se přesouvá zpět do vertikálního kanálu (obr. 1.19e). Jakmile je deformační cyklus u konce je vzorek vytlačen z vertikálního kanálu ven, jak je zobrazeno na obr. 1.19f [10].



Obr. 1. 18 Zobrazení nástroje Cross – ECAP [10]. Obr. 1. 19 Jednotlivé fáze procesu Cross – ECAP [10].

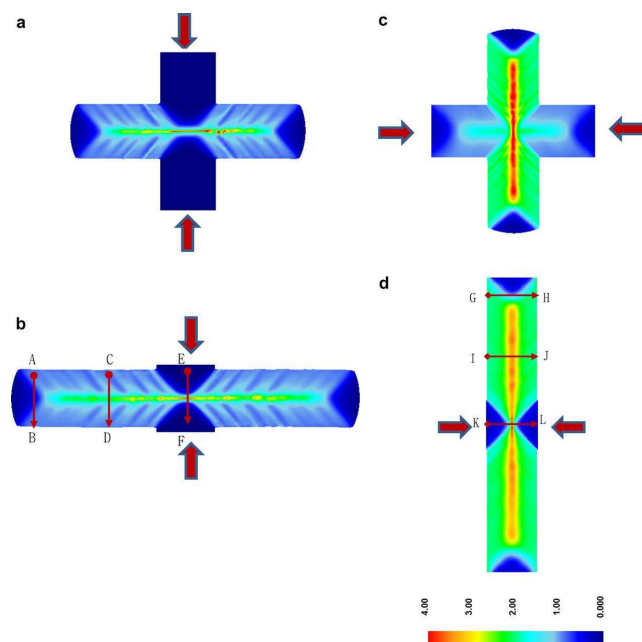
K charakteristice deformačních rysů procesu Cross – ECAP byl použit simulační program Deform – 2D. Rozměry vzorku byly 20 mm × 20 mm – 60 mm. Koeficient tření mezi povrchem kanálu a vzorkem byl stanoven 0.1. Rychlost průtláčníku byla 1 mm/s.

Deformační vlastnosti Cross – ECAP byly analyzované deformační sítí, jak je ukázáno na obr. 1.20. Na obr. 1.20a – e je zobrazena deformační síť v různých stupních deformace, na začátku, $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{3}{4}$ a na konci jednoho cyklu. Z obrázků 1.20a – e jasně vyplývá, že deformace je lokalizovaná ve střední části vzorku. Tvoření rohové mezery není u procesu Cross – ECAP pozorované [10].



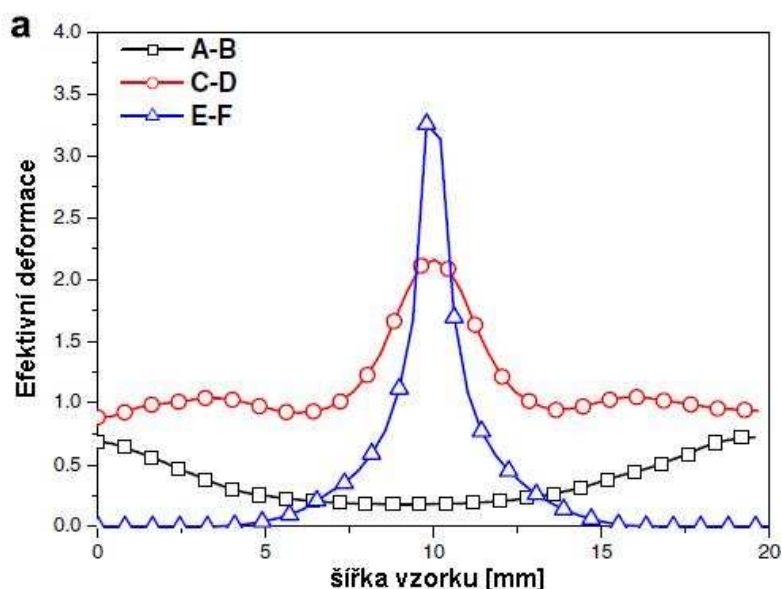
Obr. 1. 20 Deformační síť jednotlivých fází procesu cross – ECAP [10].

Podrobné vyšetření deformačních vlastností a rozložení efektivní deformace je znázorněno na obr. 1.21. Jsou zde zobrazeny jednotlivé části průchodu od $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{3}{4}$ až po konec jednoho cyklu. V polovině protlačovacího cyklu dosahuje efektivní deformace ve střední části vzorku hodnoty 2, jak lze vidět na obr. 1.21b. Na konci cyklu už je hodnota efektivní deformace rovna 4 ve střední části vzorku a ve zbývajících částech vzorku 2. To jasně dokazuje, že indukovaná deformace je lokalizovaná ve střední části vzorku [10].



Obr. 1. 21 Rozložení efektivní deformace [10].

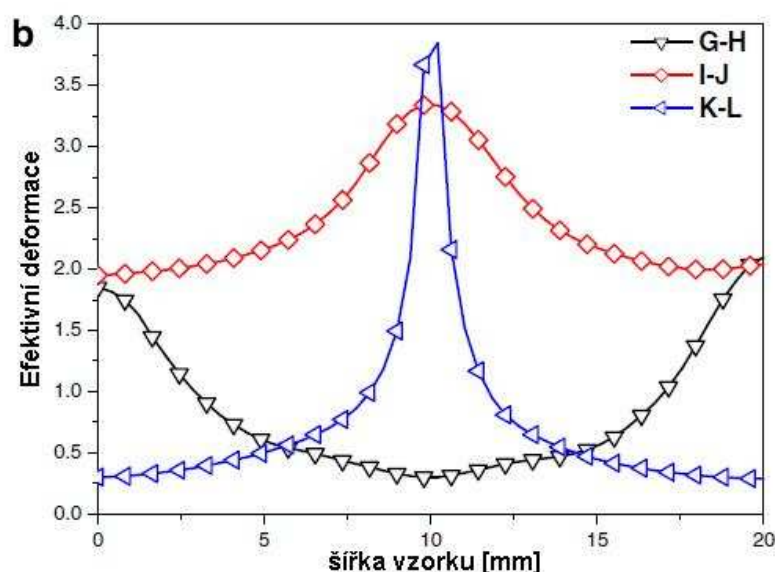
Pro analýzu deformační homogenity byly použity oblasti A – B, C – D, E – F, G – H, I – J a K – L zobrazené na obr. 1. 21. Deformační homogenita v jednotlivých řezech je zobrazena v obr. 1.22 a obr. 1.23. V polovině protlačovacího cyklu se v řezu A – B deformace mění od 0.1 – 0.75, v řezu C – D se deformace mění od 0.9 – 2.2 a v řezu E – F (pouze 10 mm široká střední oblast) se deformace mění od 0 – 3.25, ve zbývající šířce nedošlo k žádné deformaci [10].



Obr. 1. 22 Rozložení deformace v jednotlivých řezech vzorku [10].

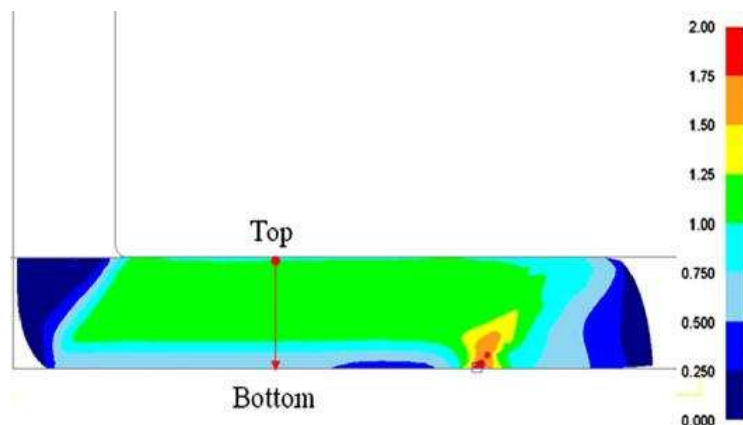
Na konci cyklu se deformace měnila v řezu G – H od 0.25 – 1.75, v řezu I – J od 2 – 3.25 a v řezu K – L od 0.25 – 3.75. Všechny tyto změny deformací v jednotlivých částech vzorky

ukazují na nerovnoměrnou a vysoce lokalizovanou deformaci ve střední části vzorku protlačeného matricí Cross – ECAP [10].



Obr. 1. 23 Rozložení deformace v jednotlivých řezech vzorku [10].

Pro srovnání rozložení deformace u procesu ECAP je téměř jednotné přes celý průřez vzorku s výjimkou přední, zadní a spodní (v důsledku rohové mezery) části vzorku, jak je vidět na obr. 1.24 [10].

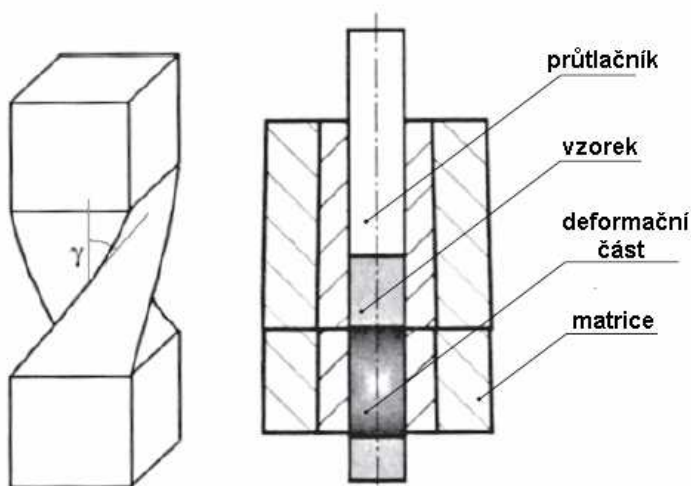


Obr. 1. 24 Efektivní deformace ve vzorku po procesu ECAP [10].

U procesu ECAP je rozložení deformace jednodušší než u procesu Cross – ECAP. Pozorovaná nehomogenita deformace u procesu Cross – ECAP může vést k vytváření nejednotné struktury a také k nerovnoměrně rozloženým mechanickým vlastnostem materiálu. Tento vývoj nehomogenity byl potvrzen i při experimentálním protlačení čistého hliníku nástrojem Cross – ECAP. Nároky na zatěžující sílu jsou také vyšší než u klasického procesu ECAP [10].

1.4 Nástroj se zabudovanou šroubovicí

Princip metody protlačování krutem (TE) spočívá ve vytvoření stříhové deformace protlačováním vzorku matricí s kanálem se zabudovanou šroubovicí. Schéma metody je na obr. 1.25. Tvar a průřez kanálu se podél osy protlačování nemění, zatím co kanál je podél této osy zkroucen a vytváří tak profil šroubovice. I u této metody nedochází ke změně rozměrů vzorku a proto je možné celý proces opakovat a docílit tak větší vnesené deformace [1].



Obr. 1. 25 Princip metody TE [1].

Stříhová deformace není při zkrucování vzorku rozložena po jeho průřezu rovnoměrně. Větší část deformace je při průchodu kanálem soustředěna na vstupní a výstupní část šroubovice. Nejmenší deformace je v ose tvářeného vzorku a největší pak na nejvzdálenější části vzorku od osy. Průměrnou velikost deformace $\varepsilon_{stř}$ je možno vypočítat podle vztahu (7) [1]:

$$\varepsilon_{stř} = \frac{[tg \gamma_{max} + (0,4 + 0,1 \cdot tg \gamma_{max})]}{2} \quad (7)$$

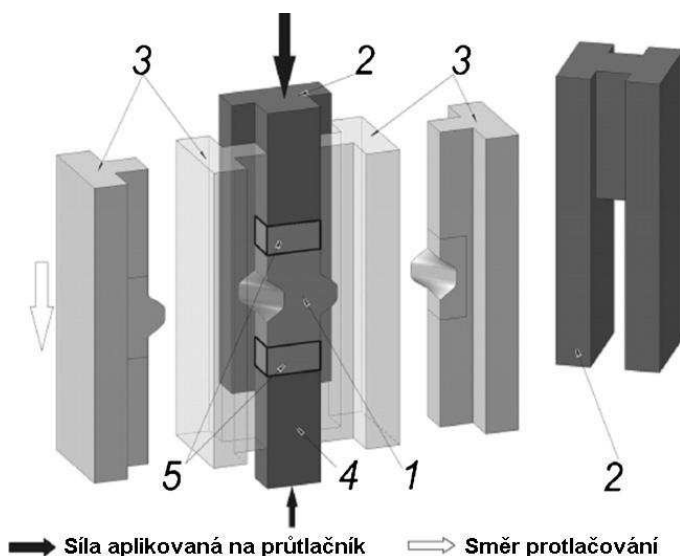
Proces protlačování krutem může být použit v kombinaci s některou jinou metodou SPD a zvýšit tak účinek vnesené deformace na zjemnění zrna a docílit tak zlepšení mechanických vlastností. Mezi přední metodu, která je vhodná ke spojení se šroubovicí patří ECAP. V současné době probíhá výzkum spojený s vyšetřením účinků nástroje ECAP se zabudovanou šroubovicí 10° v horizontálním kanále i na VŠB – TUO, FS, Katedra mechanické technologie.

K novému vývojovému trendu metody TE patří nedávno prezentovaná metoda

protlačování matricí se dvěma rovinnými stěnami, tzv. PTE (Planar Twist Extrusion). Výhody PTE jsou tedy v potenciálu pohyblivých stěn matrice. Toto uzpůsobení eliminuje vliv třecích faktorů, snižuje potřebné zatížení průtlačníku, zlepšuje stabilitu průtlačníku a dovoluje zvětšit délku vzorků.

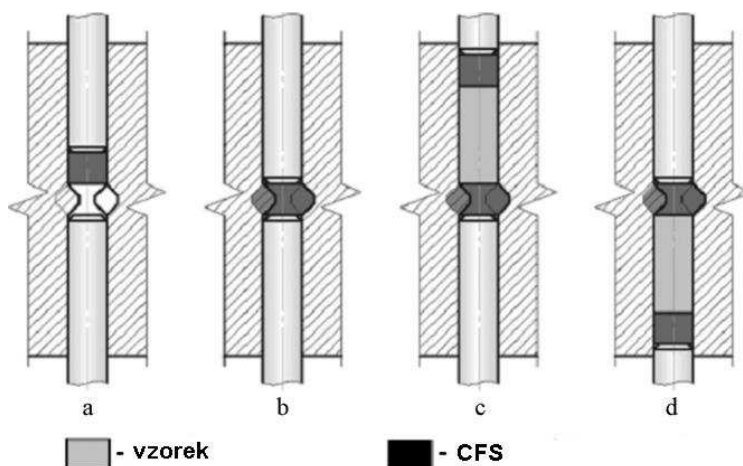
Návrh matrice PTE se dvěma pohyblivými stěnami

Matrice s kanálem pro PTE má tři odlišné části. Vstupní a výstupní část kanálu má pravoúhlý průřez, zatímco střední část kanálu, tj. deformující část má proměnný průřez podél osy matrice. Schéma matrice PTE je na obr. 1.26 [8].



Obr. 1. 26 Schéma matrice PTE [8].

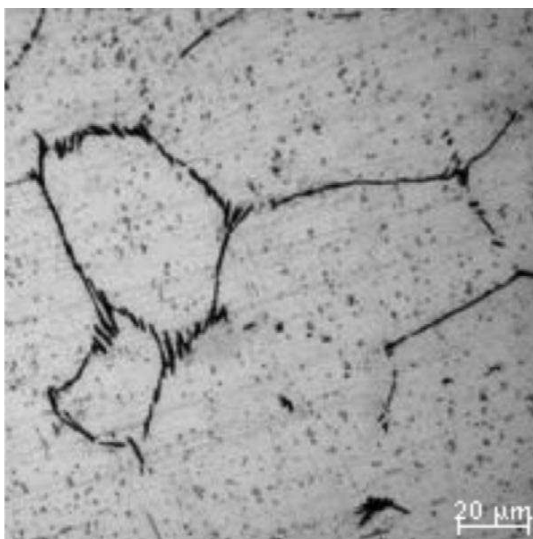
Během protlačování matricí PTE je vzorek (1) tlačěn průtlačníkem (2) skrz kanál tvořený dvěma tvarovými segmenty (3) a dvěma rovinnými stěnami průtlačníku. Průtlačník je vyroben z H profilu s vybráním pro umístění vzorku. To dovoluje zlepšit stabilitu průtlačníku a prodloužit délku vzorku. Zatížení je přenášeno z hlavního průtlačníku na vzorek pomocí dvou korekčních vzorků (CFS, 5) a protitlaku (4). Pomocí protitlaku dosáhneme zaplnění celého průřezu kanálu. Protitlak současně zvyšuje tlak v deformační zóně a přispívá tak ke zjemnění zrna [8]. Obr. 1.27 zobrazuje jednotlivé fáze procesu PTE.



Obr. 1. 27 Zobrazení jednotlivých fází procesu PTE [8].

Ověření účinnosti PTE

Jako výchozí materiál byla použita recyklovaná hliníková slitina s podobným chemickým složením jako Al1100. Struktura slitiny s intermetalickou fází FeAl_3 a částicemi α (Al – Fe – Si) je zobrazená na obr. 1.28. Použité vzorky měly rozměry 25 mm × 40 mm – 150 mm. Vzorky CFS byly ze stejného materiálu, ale byly jen 35 mm dlouhé.

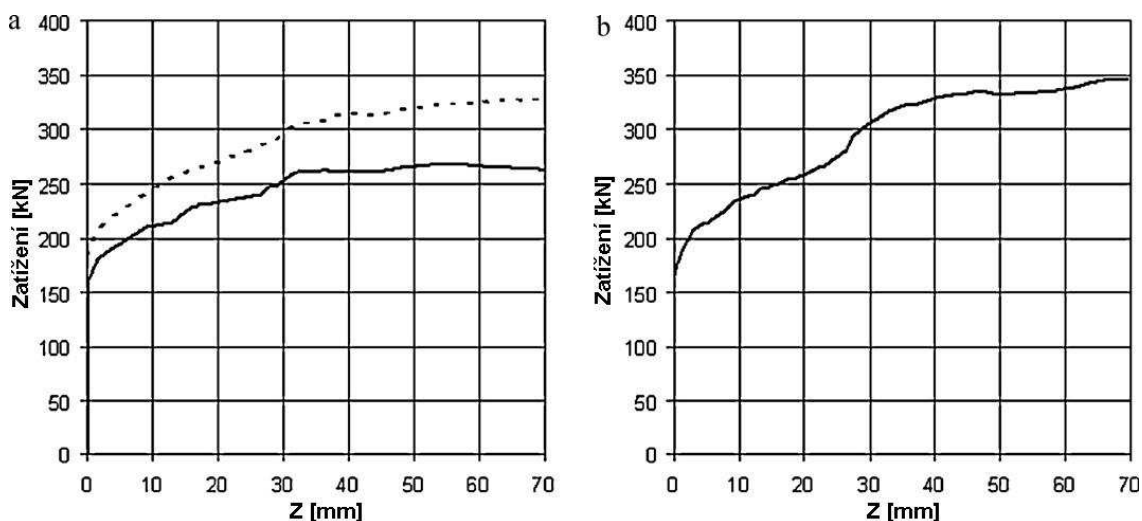


Obr. 1. 28 Počáteční struktura recyklované hliníkové slitiny [8].

Před protlačením byly vzorky pokryty mazivem PbO. Protlačení bylo provedeno při teplotě 280 °C a rychlosti 3 mm/s. Proces TE proběhl na stejném vybavení se stejnými podmínkami.

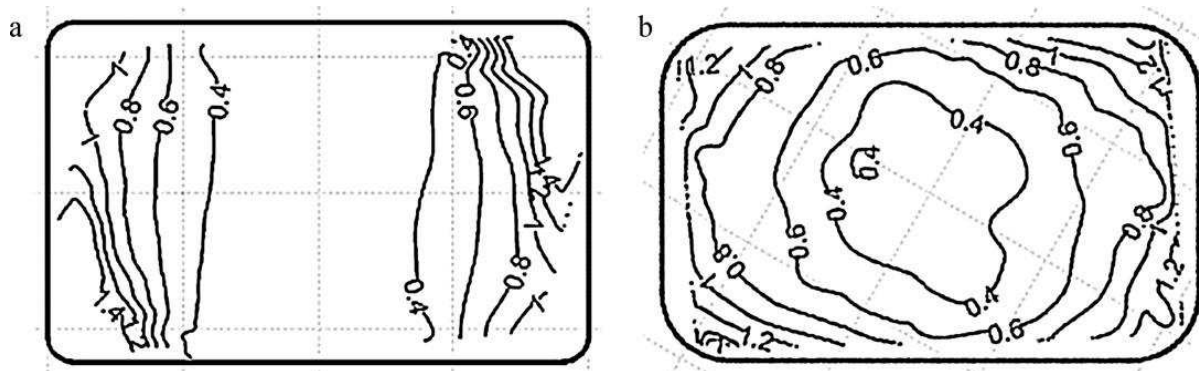
Potřebné zatížení pro procesy TPE a TE s protitlakem 100 kN v závislosti na pozici hlavního průtláčníku je zobrazeno na obr. 1.29. Pro proces PTE je nutné podstatně nižší

zatížení, než pro proces TE. Je to způsobeno snížením třecích sil použitím pohyblivých stěn u procesu PTE [8].



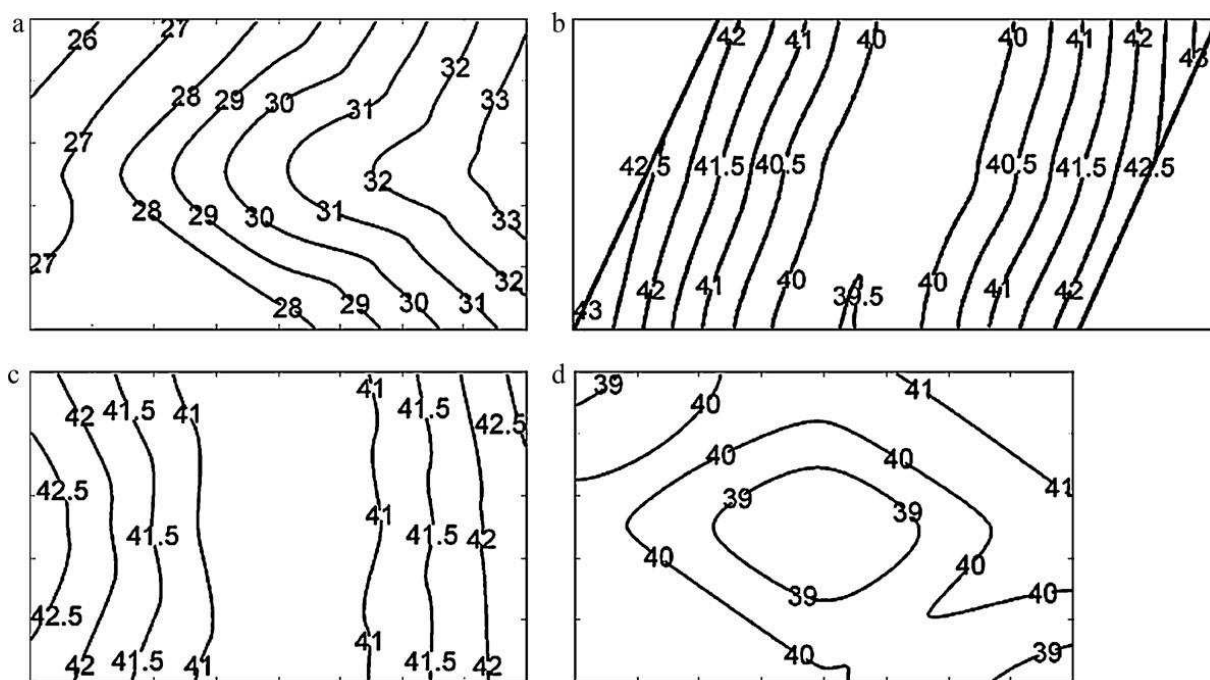
Obr. 1. 29 Zatížení potřebné pro proces PTE (a) a TE (b) [8].

Rozložení deformace získané simulací FEM pro proces PTE a TE je zobrazeno na obr. 1.30. Deformační obrysy vytvářejí protáhlé křivky podél kratší strany příčného průřezu vzorku podrobeného procesu PTE. U vzorků podrobených procesu TE vytvářejí deformační obrysy uzavřené smyčky od středu příčného průřezu vzorku [8].



Obr. 1. 30 Zobrazení obrysů von Mises deformace u procesu PTE (a) a TE (b) [8].

Zobrazení tvrdosti na obr. 1.31 vykazuje podobné rozložení jako předešlá deformace. U vzorků PTE se tvrdost zvětšuje od středu k okrajům vzorku. Největší nárůst tvrdosti byl zaznamenán u procesu PTE během první poloviny průchodu, viz obr. 1.31a – c. Stejně tak i u procesu TE se tvrdost zvětšuje směrem k okrajům vzorku (obr. 1.31d). Hodnoty průměrné tvrdosti a deformace po jednom průchodu PTE a TE jsou téměř shodné [8].



Obr. 1. 31 Rozložení tvrdosti hliníkového vzorku v počátečním stavu (a), polovině procesu PTE (b), v konečné fázi procesu PTE (c) a v konečné fázi procesu TE (d). [8].

2 Protlačení slitin AlMn1Cu a AlFe1,5Mn klasickým nástrojem ECAP a nástrojem s upravenou geometrií.

Protlačení hliníkových slitin nástrojem ECAP s vychýlením 0° a nástroji s upravenou geometrií bylo provedeno v laboratoři VŠB – TUO. Protlačení a vyhodnocení slitin na nástroji s vychýlením 0° a s vychýlením 20° jsem provedl již dříve ve spolupráci s Ing. Jiřím Hluchníkem. Protlačení a vyhodnocení slitiny AlMn1Cu na nástroji se zabudovanou šroubovicí 10° jsem provedl společně s Ing. Václavem Divínem. U slitiny AlFe1,5Mn se nepodařilo zajistit rozměrově vhodné vzorky a proto nebyla protlačena nástrojem se zabudovanou šroubovicí 10° .

Protlačení vzorků probíhalo za teploty okolí ($t_0 = 21^\circ\text{C}$). Rychlost protlačování byla $v = 40\text{ mm/min}$. Rozměry vzorků byly $9,95\text{ mm} \times 9,95\text{ mm} - 43\text{ mm}$ pro nástroje s vychýlením 0° a s vychýlením 20° . Pro nástroj se šroubovicí 10° měly vzorky rozměry $14,95\text{ mm} \times 14,95\text{ mm} - 60\text{ mm}$. Jako procesní cesta byla vybrána B_C , tedy rotace vzorku o 90° po každém průchodu. Vliv cesty B_C na produkci homogenní jemnozrné struktury s vysokými hranicemi zrn byl již prokázán.

2.1 Popis a vybavení pracoviště

Protlačování probíhalo na hydraulickém lise DP 1600 kN s nastavitelným přírůstkem zatěžovací síly. Lis společně s pohonem je zobrazen na obr. 2.1. Technické parametry jsou uvedeny tab. 2.1. Modernizací, kterou prošlo pracoviště v roce 2007, došlo k nainstalování nových prvků měření dráhy a síly, dále pak řídicích prvků elektroniky a následným separátním vyhodnocením měřených veličin pomocí PC s vyhodnocovacím programem M – Test 1.7.

Tab. 2. 1 Parametry lisu DP 1600 kN.

Technické parametry	Hodnota	Jednotky
Jmenovitá tvářecí síla	1600	kN
Rychlost posuvu	max. 40	mm/min
Maximální zdvih	120	mm
Rozměry lisu	800 × 1700 × 1850	mm
Váha lisu	1550	kg

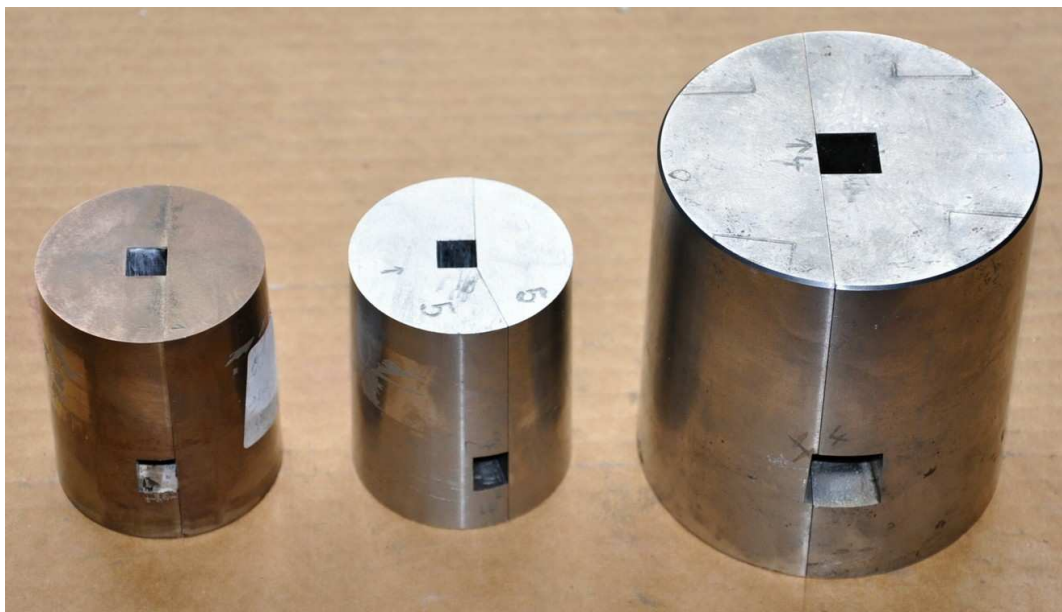
Měření síly odpovídá směrnícím a normám DIN, ČSN i ISO. Přípustná chyba měření síly je 1/100 jmenovitého rozsahu síly $\pm 1\%$, což odpovídá třídě přesnosti 1 při měřícím rozsahu 20 kN – 1600 kN. K měření dráhy slouží zabudovaný potenciometrický snímač, který po vysunutí pístu generuje analogový signál, který je dále převeden AD modulem řídicí jednotky na digitální signál, který je zpracován PC. Měřící rozsah je 0 mm – 280 mm s přesností snímání dráhy 0,006 % z jmenovité hodnoty.



Obr. 2. 1 Zobrazení pracoviště s lisem DP 1600 kN, pohonnou jednotkou a ovládacími prvky.

2.2 Popis nástrojů ECAP

Experimentální protlačení hliníkových slitin bylo provedeno nástroji ECAP s vychýlením 0° , vychýlením 20° a nástrojem se zabudovanou šroubovicí 10° v horizontálním kanálu. Nástroje jsou zobrazeny na obr. 2.2. V současné době se pracuje na vývoji nástroje ECAP se zabudovanou šroubovicí 30° v horizontálním kanálu. Experimenty provedené na tomto nástroji nejsou součástí mé diplomové práce.



Obr. 2. 2 Zobrazení nástrojů ECAP; vychýlení 0°, vychýlení 20°, šroubovice 10°.

Ke každému nástroji ECAP je vyroben průtlačník s přesnými rozměry kanálu nástroje po nalisování do bandáže. Konce průtlačníků jsou opatřeny speciální fazetkou, která zabraňuje zpětnému toku materiálu. U nástroje se šroubovicí 10° byl navržen a odzkoušen nový typ fazetky s vnitřním vybráním. Průtlačníky pro nástroje se čtvercovým průřezem kanálu o rozměrech 10 mm × 10 mm a 15 mm × 15 mm jsou zobrazeny na obr. 2.3.



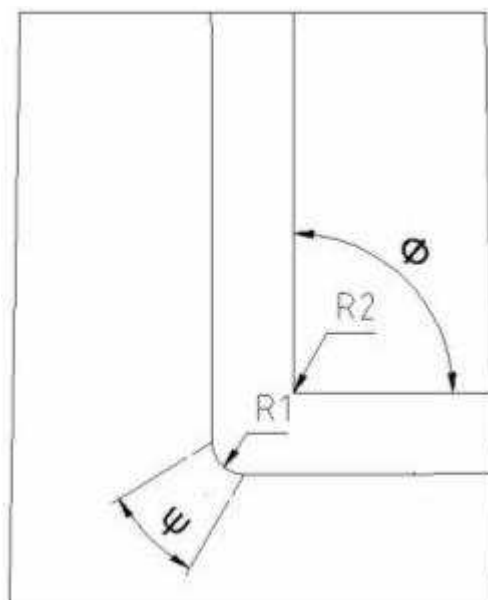
Obr. 2. 3 Zobrazení průtlačníků.

2.2.1 Nástroj ECAP s vychýlením 0°

Jedná se o segmentový nástroj, který se skládá ze dvou segmentů. Tyto segmenty jsou nalisované do bandáže. V jednom segmentu je vyroben kanál se čtvercovým průřezem 10 mm × 10 mm. Schéma nástroje je zobrazeno na obr. 2.4.

Základní parametry nástroje:

- $\phi = 90^\circ$
- $\psi = 28^\circ$
- $R_1 = 4 \text{ mm}$
- $R_2 = 0,2 \text{ mm}$
- vychýlení kanálu 0°



Obr. 2. 4 Geometrie nástroje ECAP s vychýlením 0°.

Nástroj je vyroben z nástrojové oceli HOTVAR® od výrobce Böhler – Uddeholm. Jedná se o legovanou vysokovýkonnou ocel pro práci za tepla. Chemické složení a základní mechanické vlastnosti jsou uvedeny v tab. 2.2 a tab. 2.3, v tomto pořadí.

Tab. 2. 2 Chemické složení materiálu HOTVAR®.

chem. prvek	C	Si	Mn	Cr	Mo	V
[hm. %]	0,55	1,00	0,75	2,60	2,25	0,85

Tab. 2. 3 Mechanické vlastnosti materiálu HOTVAR® při pokojové teplotě.

<i>Tvrdość</i>	<i>54 HRC</i>	<i>56 HRC</i>	<i>58 HRC</i>
<i>Pevnost v tahu R_m [N/mm²]</i>	2100	2200	2300
<i>Mez průtažnosti $R_{p0,2}$ [N/mm²]</i>	1800	1820	1850

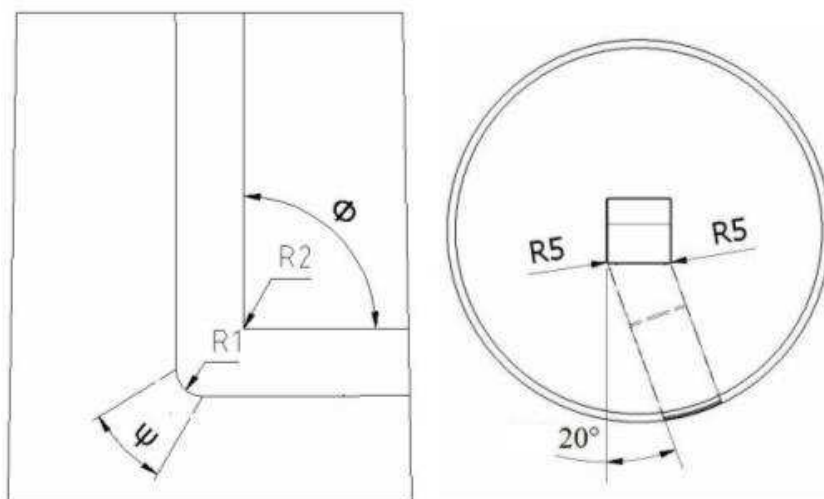
2.2.2 Nástroj ECAP s vychýlením 20°

Nástroj s vychýlením 20° představuje nový koncept klasického nástroje ECAP, kdy horizontální část kanálu je vychýlena o 20° vzhledem k ose Y. Tím je dosažena větší efektivita procesu SPD při jednom průchodu. Dochází ke zvýšení stupně deformace, což vede k většímu zjemnění zrna. Současně se vliv vychýlení kanálu projevuje pozitivně i na mechanických vlastnostech protlačeného materiálu.

Nástroj se skládá ze dvou segmentů, kde v jedné části je vyroben kanál s průřezem 10 mm × 10 mm. Obě části jsou nalisovány do bandáže. Schéma nástroje je zobrazeno na obr. 2.5.

Nástroj s vychýlením 20° má tyto parametry:

- $\Phi = 90^\circ$
- $\psi = 28^\circ$
- $R_1 = 4 \text{ mm}$
- $R_2 = 0,2 \text{ mm}$
- vychýlení kanálu 20°



Obr. 2. 5 Geometrie nástroje ECAP s vychýlením 20° [15].

Nástroj je vyroben ze stejného materiálu jako nástroj ECAP s vychýlením 0° .

2.2.3 Nástroj ECAP se zabudovanou šroubovicí 10°

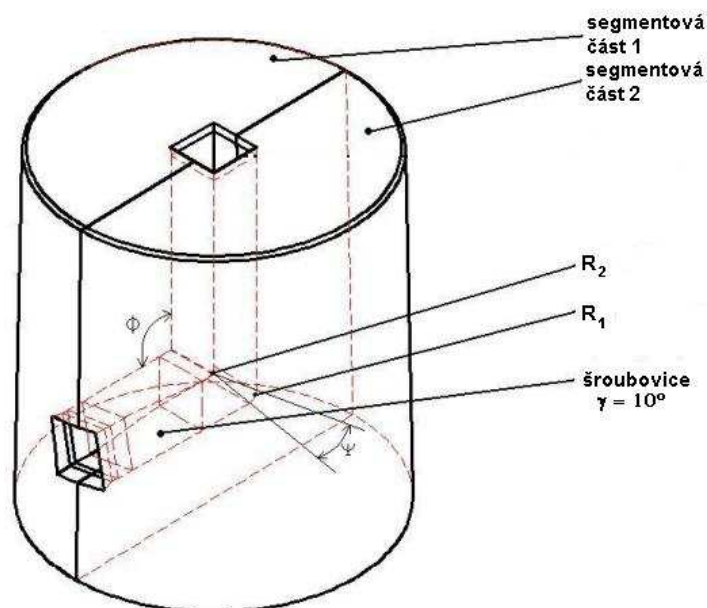
Nástroj se zabudovanou šroubovicí spojuje technologii ECAP s TE, které jsou popsány v rešeršní části diplomové práce.

Nástroj ECAP se zabudovanou šroubovicí vychází tedy ze základní koncepce nástroje ECAP, kdy modifikace nástroje spočívá ve vložení šroubovice se stoupáním $\gamma = 10^\circ$ do horizontální části kanálu. Tímto spojením by mělo dojít k výraznějšímu zvýšení stupně deformace a tím k většímu zjemnění zrna než u předcházejících dvou geometrií matic.

Nástroj se skládá ze dvou segmentů. V každém segmentu je vyrobena polovina kanálu se čtvercovým průřezem o rozměrech $15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$ a šroubovicí se stoupáním $\gamma = 10^\circ$. Obě části jsou nalisovány v bandáži. Schéma nástroje se zabudovanou šroubovicí je zobrazeno na obr. 2.6.

Nástroj se zabudovanou šroubovicí se stoupáním $\gamma = 10^\circ$ má tyto parametry:

- $\Phi = 90^\circ$
- $\psi = 9^\circ 30'$
- $R_1 = 0,2 \text{ mm}$
- $R_2 = 2,5 \text{ mm}$
- Stoupání šroubovice $\gamma = 10^\circ$



Obr. 2. 6 Geometrie nástroje ECAP se šroubovicí 10° v horizontálním kanále [14].

Nástroj je vyroben ze stejného materiálu jako nástroj ECAP s vychýlením 0° .

2.3 Výběr maziva

K mazání vzorků, vodících válců a průtlačníků bylo u protlačování nástrojem s vychýlením 0° a 20° použito mazivo GLEIT - μ° HP 515. Jedná se o mazivo, které je vhodné pro tvářecí operace prováděné za studena. Jde o homogenní bílou pastu, jejímž základem jsou speciální minerální oleje. Vlastnosti maziva GLEIT - μ° HP 515 jsou uvedeny v tab. 2.4.

Tab. 2. 4 Vlastnosti maziva GLEIT - μ° HP 515.

Vlastnosti	Zkušební metoda	Výsledky	Jednotky
Barva	vizuálně	bílá/krémová	-
Základový olej		minerální	
Hustota	DIN 51757	cca. 1,3	[g/cm ³]
Penetrace	DIN 51804, B1.1	265 – 295	[mm/10 °C]
Konzistentní třída	DIN 51818	2	
Rozsah teploty použití		-25 až +100	[°C]

Při protlačování vzorků nástrojem ECAP se zabudovanou šroubovicí byla k mazání

použita speciální montážní pasta Nicro Thermocup 1200. Pastou byly mazány v tenké vrstvě vzorky stejně jako vodící válce a průtlačník. Tato pasta je vhodná k mazání ploch s velkým mechanickým zatížením, k mazání barevných kovů a je použitelná v teplotním rozsahu od - 180 °C do +1200 °C. Vlastnosti montážní pasty Nicro Thermocup 1200 jsou uvedeny v tab. 2.5.

Tab. 2. 5 Vlastnosti maziva Nicro Thermocup 1200.

Vlastnosti	Zkušební metoda	Výsledky	Jednotky
Barva	vizuálně	šedá	-
Konzistence		pasta	
Koeficient tření	DIN 946	0,1	
Penetrace		315 – 330	[mm/10°C]
Chemická stabilita	DIN 51 807	dobrá	
Rozsah teploty použití		-180 až +1200	[°C]

2.4 Hliníkové slitiny AlMn1Cu a AlFe1,5Mn (vlastnosti)

Materiály podrobené experimentálnímu protlačení nástroji ECAP dodala firma AL INVEST Břidličná, a.s. Jedná se o hliníkové slitiny AlMn1Cu a AlFe1,5Mn, které byly vybrány na základě jejich široké škály využití v praxi. Tyto slitiny se využívají jak v potravinářském průmyslu, tak ve strojírenství pro výrobky s nižšími požadavky na mechanické vlastnosti. Tyto slitiny se vyznačují velmi dobrými korozivzdornými vlastnostmi, které se procesem SPD ještě umocňují a budou předmětem dalších experimentů.

Standardně jsou slitiny dodávány ve formě litých nebo válcovaných pásů. Jedenácti tunové pásy opouštějící válce mají teplotu 370 °C a na teplotu okolí chladnou dva dny. Po odlití se mez kluzu pohybuje v rozmezí 120 MPa až 140 MPa, kde slitina AlMn1Cu má hodnoty vyšší kvůli vyššímu obsahu Mn.

Po prvním úběru (cca 40 %) se zvýší mez kluzu na 180 MPa až 200 MPa. Po celkové redukci (cca 90 %) je mez kluzu již 280 MPa až 320 MPa.

U slitin obsahující Mn může dojít ke zhrubnutí zrna během rekrystalizačního žíhání. Proto je přidávána předslitina AlTi5B1, aby zde bylo dostatečné množství rekrystalizačních zárodků pro jemnozrnnou litou strukturu. U našich vzorků je 3 kg předslitiny na 1 t odlitého materiálu.

U materiálu válcovaného za studena s redukcí 40 % až 50 % dosahuje mez kluzu 180 MPa až 200 MPa. Následným rekrystalizačním žíháním při teplotě 370 °C se dostává mez kluzu na hodnoty 140 MPa až 160 MPa. Mez pevnosti je u materiálu s 50 % redukcí a žíháním o 10 % vyšší než mez kluzu. Chemické složení slitiny AlMn1Cu je uvedeno v tab. 2.6, slitiny AlFe1,5Mn v tab. 2.7.

Informace o hliníkových slitinách AlMn1Cu a AlFe1,5Mn byly získány po konzultaci s výrobcem AL INVEST Břidličná, a.s.

Tab. 2. 6 Chemické složení slitiny AlMn1Cu.

chem. prvek	Mn	Fe	Si	Cu	ostatní	Al
[hm. %]	1,10	0,45	0,55	0,15	do 0,05	zbytek

Tab. 2. 7 Chemické složení slitiny AlFe1,5Mn.

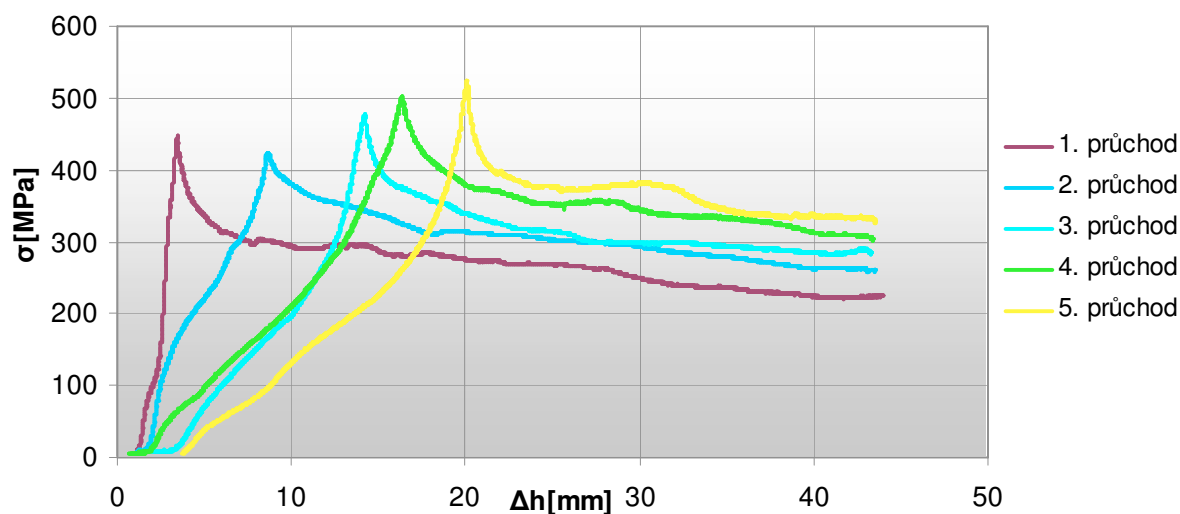
chem. prvek	Mn	Fe	Si	ostatní	Al
[hm. %]	0,41	1,30	0,06	do 0,05	zbytek

2.5 Křivky přetvárného odporu

Křivky přetvárného odporu jsou sestaveny z dat exportovaných ze softwaru M – Test do tabulkového editoru Excel. Výsledné křivky přetvárného odporu představují vybraného představitele ze sérií protlačených a vyhodnocených vzorků po jednotlivých průchodech.

2.5.1 Slitina AlMn1Cu

U slitiny AlMn1Cu byly sestaveny křivky přetvárného odporu (σ_p) v závislosti na změně dráhy (Δh) po prvním až pátém průchodu nástroji ECAP s vychýlením 0°, vychýlením 20° a se šroubovicí 10°.

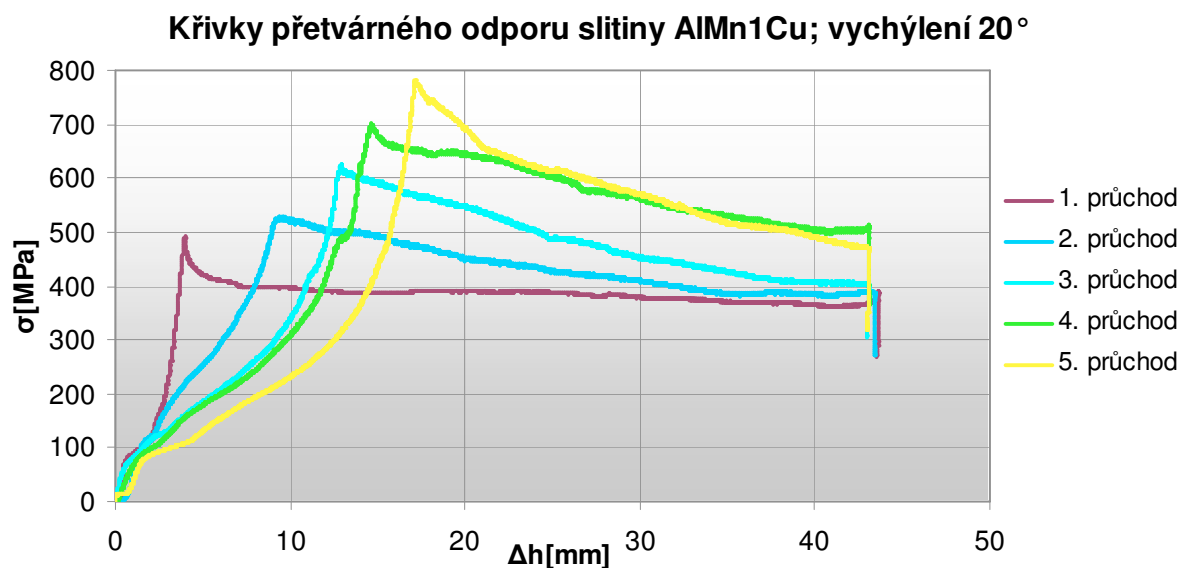
Křivky přetvárného odporu slitiny AlMn1Cu; vychýlení 0°**Graf 2. 1 Výsledné křivky přetvárného odporu slitiny AlMn1Cu; nástroj s vychýlením 0°.**

Křivky přetvárného odporu pro nástroj s vychýlením 0° jsou uvedeny v grafu 2.1. U křivky pro první průchod lze vidět strmý nárůst až do maximální hodnoty σ_{pmax} oproti zbývajícím průchodům, kdy je náběh pozvolnější. To je dáno tím, že po prvním průchodu dochází k nejvýraznějšímu zpevnění materiálu. Z křivek po dalších průchodech jde vidět další postupné zpevňování, které ale není tak výrazné. Největší hodnoty $\sigma_{pmax} = 525,27$ MPa bylo dosaženo po pátém průchodu. Nárůst σ_{pmax} mezi prvním a pátým průchodem je 77,99 MPa, což činí 17,44 %. Hodnoty σ_{pmax} po jednotlivých průchodech jsou uvedeny v tab. 2.8.

Tab. 2. 8 Hodnoty σ_{pmax} pro nástroj s vychýlením 0°.

Nástroj	Přetvárný odpor σ_{pmax} [MPa]				
	Počet průchodů				
	1	2	3	4	5
vychýlení 0°	447,28	424,8	476,48	501,94	525,27

Křivky získané po jednotlivých průchodech nástrojem ECAP s vychýlením 20° jsou zobrazeny v grafu 2.2. I zde dochází k nejintenzivnějšímu zpevnění materiálu po prvním průchodu. Z porovnání jednotlivých křivek přetvárných odporů jde vidět postupné zpevňování, kdy maximální hodnoty $\sigma_{pmax} = 782,89$ MPa bylo dosaženo po pátém průchodu. Nárůst σ_{pmax} mezi prvním a pátým průchodem je 291,83 MPa, což činí 59,43 %. Rozložení přetvárného odporu je stejné jako u nástroje ECAP s vychýlením 0°. Hodnoty σ_{pmax} po jednotlivých průchodech jsou uvedeny v tab. 2.9.

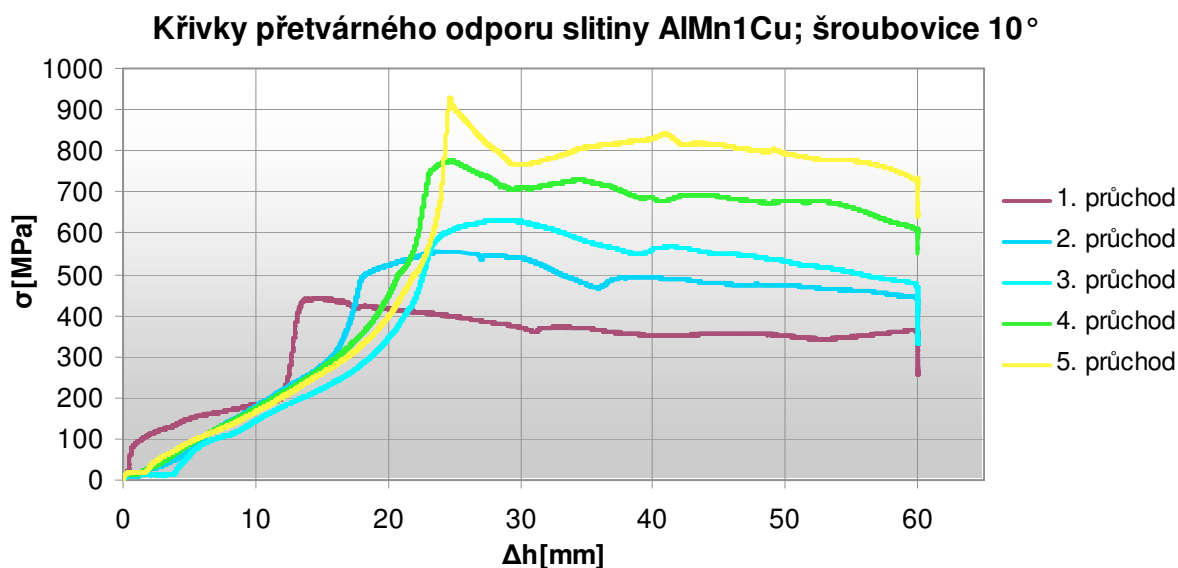


Graf 2. 2 Výsledné křivky přetvárného odporu slitiny AlMn1Cu; nástroj s vychýlením 20°.

Tab. 2. 9 Hodnoty σ_{pmax} pro nástroj s vychýlením 20°.

Nástroj	Přetvárný odpor σ_{pmax} [MPa]				
	Počet průchodů				
	1	2	3	4	5
vychýlení 20°	491,06	529,01	624,88	768,23	782,89

Při porovnání křivek u nástroje ECAP se zabudovanou šroubovicí 10° lze vidět (graf 3.3) rovnoměrný nárůst σ_p po jednotlivých průchodech. Rozložení přetvárného odporu je rovnoměrnější u všech průchodů, což by se mělo pozitivně projevit na dosažené struktuře materiálu a mechanických vlastnostech. Maximální hodnoty $\sigma_{pmax} = 927,72$ MPa je dosaženo po pátém průchodu. Nárůst σ_{pmax} mezi prvním a pátým průchodem činí 486,79 MPa, což je nárůst o 110,40 %. Hodnoty σ_{pmax} po jednotlivých průchodech jsou uvedeny v tab. 2.10.



Graf 2. 3 Výsledné křivky přetvárného odporu slitiny AlMn1Cu; nástroj se šroubovicí 10°.

Tab. 2. 10 Hodnoty σ_{pmax} pro nástroj se šroubovicí 10°.

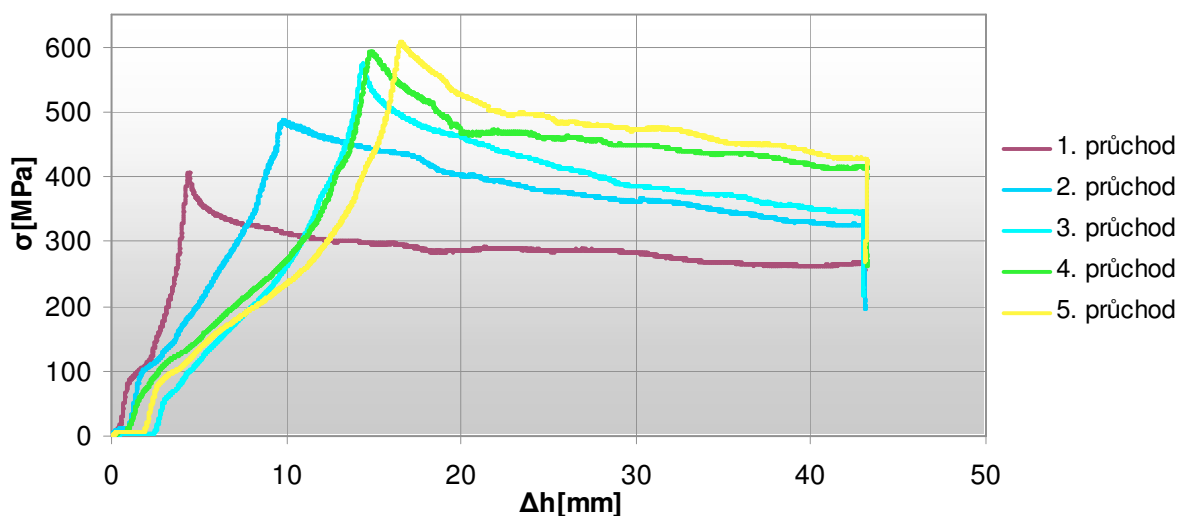
	Přetvárný odpor σ_{pmax} [MPa]				
	Počet průchodů				
	1	2	3	4	5
Nástroj					
šroubovice 10°	440,93	554,89	631,44	776,38	927,72

2.5.2 Slitina AlFe1,5Mn

U slitiny AlFe1,5Mn byly sestaveny křivky přetvárného odporu (σ_p) v závislosti na změně dráhy (Δh) po prvním až pátém průchodu u nástroje ECAP s vychýlením 0° a s vychýlením 20°.

Porovnání křivek přetvárného odporu získané nástrojem s vychýlením 0° je zobrazeno v grafu 2.4. I zde je nejintenzivnější zpevnění dosaženo po prvním průchodu. Po třetím průchodu již nedochází k výraznějšímu nárůstu σ_{pmax} . Maximální hodnoty $\sigma_{pmax} = 607,39$ MPa bylo dosaženo po pátém průchodu. Nárůst σ_{pmax} mezi prvním a pátým průchodem činí 199,64 MPa, což je nárůst o 48,96 %. Hodnoty σ_{pmax} po jednotlivých průchodech jsou uvedeny v tab. 2.11.

Křivky přetvárného odporu slitiny AlFe1,5Mn; vychýlení 0°



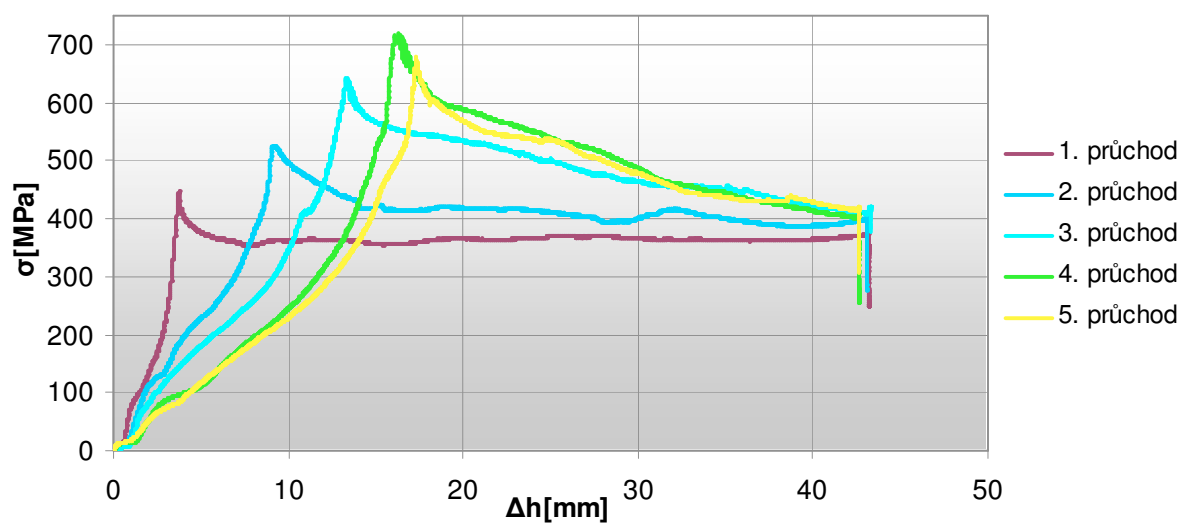
Graf 2. 4 Výsledné křivky přetvárného odporu slitiny AlFe1,5Mn; nástroj s vychýlením 0°.

Tab. 2. 11 Hodnoty σ_{pmax} pro nástroj s vychýlením 0°.

Nástroj	Přetvárný odpor σ_{pmax} [MPa]				
	Počet průchodů				
	1	2	3	4	5
vychýlení 0°	407,75	488,62	575,34	593,23	607,39

Při porovnání křivek přetvárného odporu u nástroje s vychýlením 20° lze vidět (graf 2.5) téměř rovnoměrný nárůst maximální hodnoty σ_{pmax} od prvního do čtvrtého průchodu. U pátého průchodu byl zaznamenán pokles σ_{pmax} oproti čtvrtému průchodu. Maximální hodnoty $\sigma_{pmax} = 718,77$ MPa bylo tedy dosaženo u čtvrtého průchodu. Hodnoty σ_{pmax} po jednotlivých průchodech jsou uvedeny v tab. 2.8.

Křivky přetvárného odporu slitiny AlFe1,5Mn; vychýlení 20°



Graf 2. 5 Výsledné křivky přetvárného odporu slitiny AlFe1,5Mn; nástroj s vychýlením 20°.

Tab. 2. 12 Hodnoty σ_{pmax} pro nástroj s vychýlením 20°.

Nástroj	Přetvárný odpor σ_{pmax} [MPa]				
	Počet průchodů				
	1	2	3	4	5
vychýlení 20°	448,98	525,69	642,47	718,77	679,58

3 Analýza vlivu konstrukčních úprav u nástroje ECAP zvyšující efektivitu procesu SPD.

V tomto bodě diplomové práce analyzuji, jaký vliv mají konstrukční úpravy geometrie matric nástroje ECAP na efektivitu procesu SPD. Pro tuto analýzu jsem vybral referenční materiál AlMn1Cu, u kterého byla provedena série experimentálních protlačení na nástroji ECAP s vychýlením 0°, vychýlením 20° a kanálem se zabudovanou šroubovicí 10°. Porovnáám zde výsledné křivky přetvárného odporu, dosaženou tvrdost a dosaženou strukturu.

3.1 Slitina AlMn1Cu

Charakteristika a chemické složení slitiny AlMn1Cu je uvedeno v kap. 2.4.

3.2 Matrice nástroje ECAP

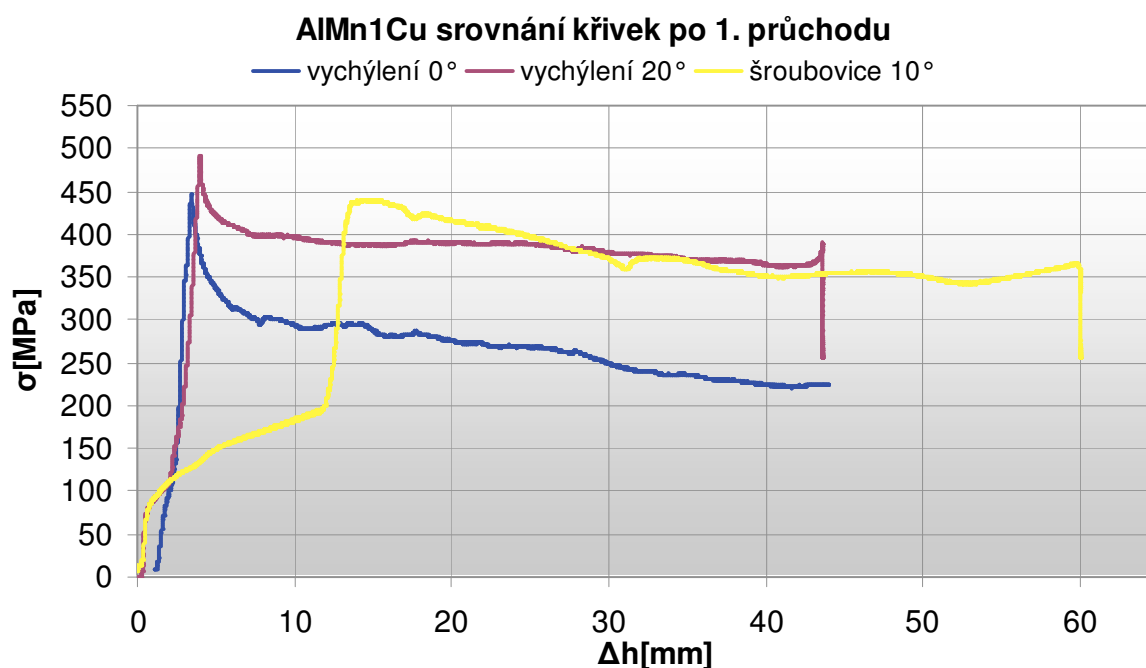
Analýza vlivu konstrukčních úprav nástroje ECAP byla provedena pro kanál s vychýlením 0°, kanál s vychýlením 20° a se zabudovanou šroubovicí 10° v horizontálním kanálu. Podrobný popis nástrojů ECAP je uveden v kap. 2.2.

3.3 Vyhodnocení dosažených výsledků

K vyhodnocení analýzy vlivu konstrukčních úprav u nástroje ECAP byly použity křivky přetvárných odporů, naměřené hodnoty tvrdostí a dosažená struktura slitiny AlMn1Cu.

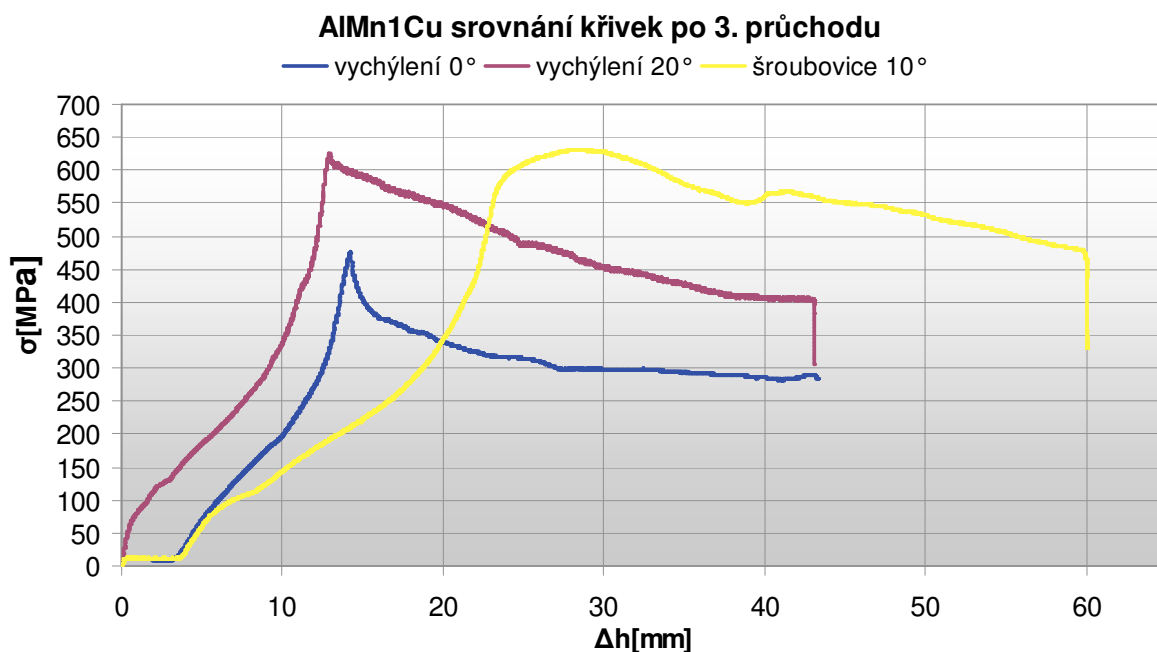
3.3.1 Křivky přetvárného odporu

Graf 3.1 zobrazuje srovnání křivek přetvárných odporů tří různých geometrií nástrojů u slitiny AlMn1Cu po prvním průchodu. Zatímco u nástroje s vychýlením 0° po dosažení $\sigma_{pmax} = 447,28$ MPa křivka klesá až pod 240 MPa, u zbylých dvou nástrojů není toto snížení přetvárného odporu tak výrazné. Lze tedy usuzovat, že deformace vnesená do vzorku po prvním průchodu nástroji s vychýlením 20° a šroubovicí 10° dosahuje vyšších hodnot a je rovnoměrněji rozložena než u nástroje ECAP s vychýlením 0°.



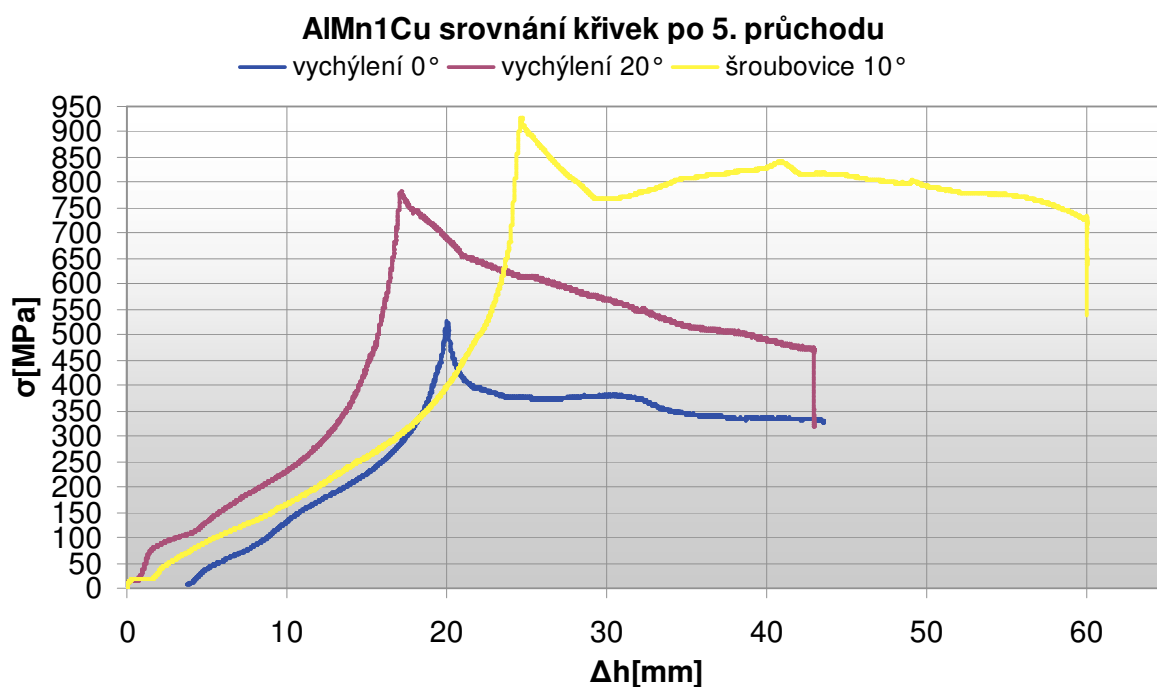
Graf 3. 1 Porovnání křivek přetvárného odporu po prvním průchodu.

Při porovnání křivek přetvárného odporu po třetím průchodu nástroji ECAP s rozdílnou geometrií (graf 3.2) vidíme, že u nástroje s vychýlením 0° nedochází k výraznějšímu zvýšení maximální hodnoty σ_p . Naopak u nástrojů s vychýlením 20° a se šroubovicí 10° dochází k nárůstu o 133,82 MPa, resp. 190,51 MPa oproti prvnímu průchodu. Průběh napětí u nástroje s vychýlením 20° už není tak příznivý, jako u prvního průchodu.



Graf 3. 2 Porovnání křivek přetvárného odporu po třetím průchodu.

U křivek přetvárného odporu po pátém průchodu nástroji ECAP s rozdílnou geometrií (graf 3.3) je zřetelný rozdíl v dosažených maximech σ_p . Zatímco nástroj s vychýlením 20° dosahuje $\sigma_{pmax} = 782,89$ MPa, nástroj se šroubovicí 10° dosahuje $\sigma_{pmax} = 927,72$ MPa. Také průběh přetvárného odporu je u šroubovice 10° po celé délce rovnoměrnější, což je způsobeno zpětným tlakem vyvolaným vloženou šroubovicí 10°. Nástroj s vychýlením 0° zcela zaostává a dosahuje $\sigma_{pmax} = 525,27$ MPa.



Graf 3. 3 Porovnání křivek přetvárného odporu po pátém průchodu.

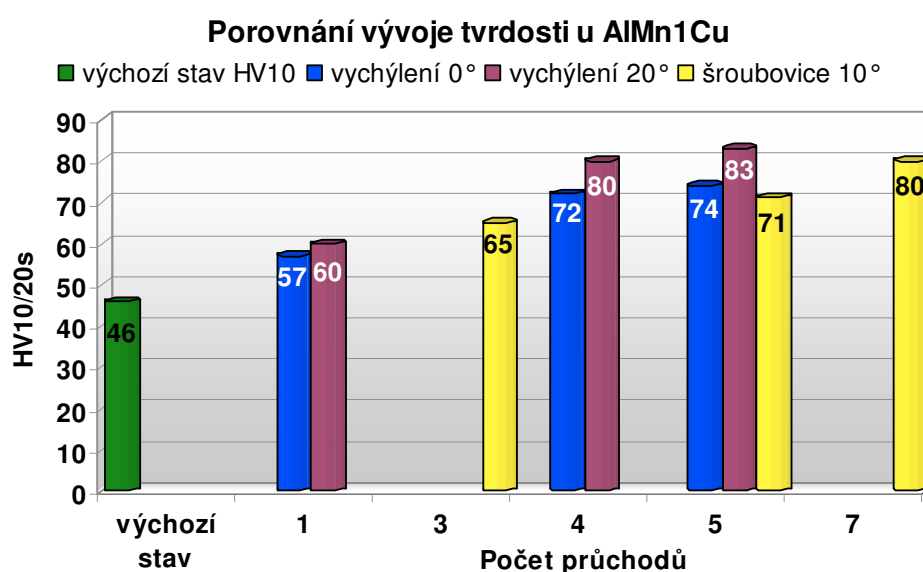
Z uvedených křivek přetvárného odporu je zřejmé, že změna geometrie nástrojů ECAP zvyšuje efektivitu SPD procesu. Srovnání křivek po druhém a čtvrtém průchodu je uvedeno v příloze č. 1, resp. 2. U prvního průchodu není vývoj dosažených maxim σ_{pmax} zcela jednoznačný. Po druhém průchodu se ale ukazuje pozitivní vliv změny geometrie nástrojů ECAP. Pozitivní vliv šroubovice 10° oproti vychýlení 20° se plně projevuje po čtvrtém průchodu. Nárůst hodnoty σ_{pmax} po pátém průchodu nástrojem s vychýlením 20° oproti nástroji s vychýlením 0° je 257,62 MPa, což je nárůst o 49,05 %. Nárůst hodnoty σ_{pmax} po pátém průchodu nástrojem se šroubovicí 10° oproti nástroji s vychýlením 0° je 402,45 MPa, což je nárůst o 76,62 %. Hodnoty σ_{pmax} po jednotlivých průchodech třemi různými geometriemi nástroje ECAP jsou uvedeny v tab. 3.1.

Tab. 3. 1 Hodnoty σ_{pmax} po jednotlivých průchodech.

		Přetvárný odpor σ_{pmax} [MPa]				
		Počet průchodů				
		1	2	3	4	5
Nástroj	vychýlení 0°	447,28	424,80	476,48	501,94	525,27
	vychýlení 20°	491,06	529,01	624,88	701,58	782,89
	šroubovice 10°	440,93	554,89	631,44	776,38	927,72

3.3.2 Dosažená tvrdost

Popis vyhodnocování tvrdosti je podrobněji popsán v kapitole 4. Zde uvedu jen srovnání dosažených výsledných tvrdostí u slitiny AlMn1Cu protlačené třemi různými geometriemi nástroje ECAP. Tvrdosti jsou vyhodnoceny na povrchu vzorku v podélném směru (směr válcování vzorku). U nástroje s vychýlením 0° a 20° byly vyhodnoceny vzorky po 1., 4. a 5. průchodu. U nástroje se zabudovanou šroubovicí 10° byly vyhodnoceny vzorky po 3., 5. a 7. průchodu. Je tedy zřejmé, že přímé porovnání lze provést pouze pro pátý průchod. Porovnání dosažených výsledných tvrdostí třemi různými geometriemi nástroje ECAP je zobrazeno v grafu 3.4.



Graf 3. 4 Porovnání dosažených tvrdostí u slitiny AlMn1Cu na povrchu vzorku.

Při srovnání dosažených hodnot tvrdostí HV_{10} po pátém průchodu se jeví nástroj s vychýlením 20° jako nejefektivnější, kdy je dosaženo tvrdosti 83 HV_{10} , následuje nástroj s vychýlením 0° s dosaženou tvrdostí 74 HV_{10} . U nástroje se šroubovicí 10° dosahuje tvrdost po pátém průchodu hodnoty 71 HV_{10} .

Nárůst tvrdosti oproti výchozímu stavu je u pátého průchodu nástrojem s vychýlením 0° o 60,8 %, u nástroje s vychýlením 20° o 80,4 % a u nástroje se zabudovanou šroubovicí 10° o 54,3 %.

Naměřené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 3.2. Tvrdosti byly vyhodnocovány v povrchové části vzorku. Zvýšená tvrdost v povrchové oblasti u nástroje s vychýlením 20°

může být způsobena otěrem o hranu vychýlení kanálu. Předpokládaný zvýšený vliv nástroje se šroubovicí 10° na výslednou tvrdost tedy nebyl zcela prokázán, i když nástroj má pozitivní vliv na zvyšování tvrdosti po jednotlivých průchodech. Výsledky mohou být rovněž ovlivněny počtem měření tvrdosti po jednotlivých průchodech tvářecím nástrojem.

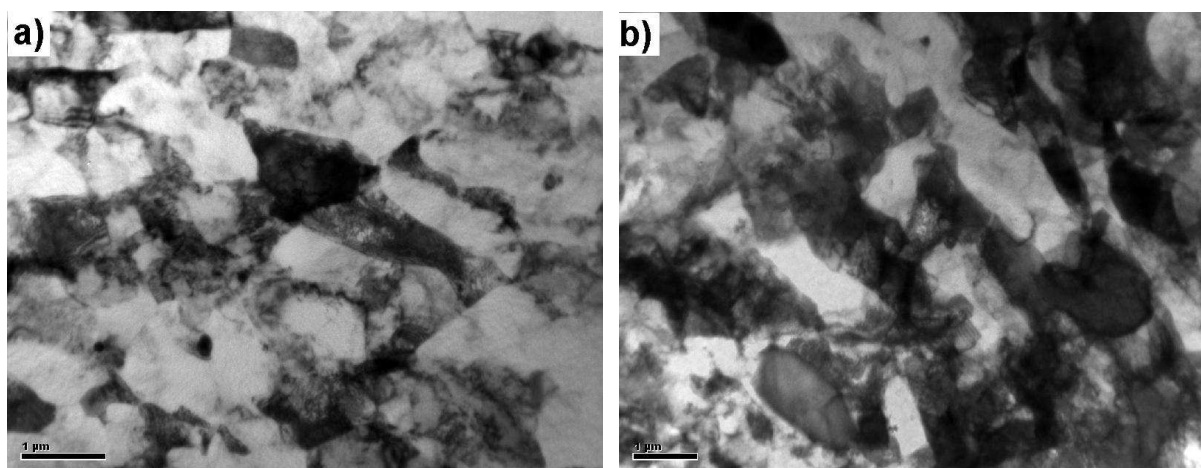
Tab. 3. 2 Hodnoty tvrdosti *HV 10* u slitiny AlMn1Cu.

			<i>HV 10</i>				
			Počet průchodů				
Nástroj		Výchozí stav	1	3	4	5	7
	vychýlení 0°	46	57	-	72	74	-
	vychýlení 20°	46	60	-	80	83	-
	šroubovice 10°	46	-	65	-	71	80

3.3.3 Dosažená struktura u slitiny AlMn1Cu

Podrobný popis dosažené struktury a metodika vyhodnocení u všech třech nástrojů je uveden v kapitole 5.

Po prvním průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 0° dosahuje střední velikost zrna 1 μm až 2 μm . Ve struktuře bylo prokázáno také velké množství dislokací. U nástroje s vychýlením 20° bylo dosaženo střední velikosti zrna 1 μm až 1,5 μm , tedy obdobné jako u nástroje s vychýlením 0°. Také zde bylo ve struktuře prokázáno velké množství dislokací. Struktury po prvním průchodu jsou zobrazeny na obr. 3.1.

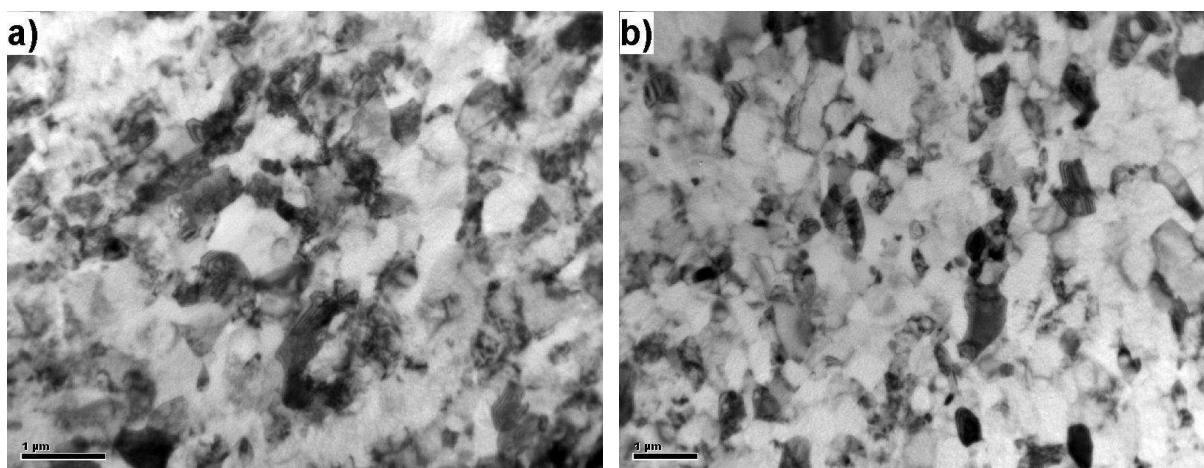


Obr. 3. 1 Struktura slitiny AlMn1Cu po prvním průchodu nástrojem s vychýlením 0° (a) a s vychýlením 20° (b).

Po pátém průchodu nástrojem s vychýlením 0° byly pozorovány zrna se střední velikostí

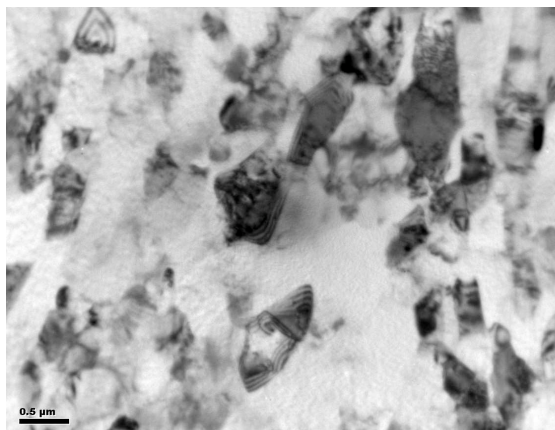
0,5 μm až 0,7 μm a velkou dezorientací. Byla zde zaznamenána větší heterogenita struktury. V blízkosti malých zrn vznikalo hodně intermetalických inkluzí. Uvnitř vznikaly vlivem částečné rekrystalizace malé defekty. Struktura po pátém průchodu je zobrazena na obr. 3. 2a.

U pátého průchodu nástrojem s vychýlením 20° dosahuje struktura střední velikosti zrna 0,3 μm až 0,6 μm . Ve struktuře je patrná také vysoká dezorientace mezi zrnky a výskyt velkého počtu intermetalických inkluzí, které obsahují železo o velikosti až 0,5 μm . Struktura po pátém průchodu je zobrazena na obr. 3. 2b.



Obr. 3. 2 Struktura slitiny AlMn1Cu po pátém průchodu nástrojem s vychýlením 0° (a) a s vychýlením 20° (b).

Při sedmém průchodu nástrojem se šroubovicí 10° bylo dosaženo velkého zjemnění struktury se střední velikostí zrna okolo 0,25 μm . Tato struktura vykazuje vyšší homogenitu než struktury dosažené zbylými dvěma nástroji. To je způsobeno zpětným tlakem vyvolaným pootočením horizontálního kanálu o 10°. Dosažená střední velikost zrna dává velmi dobré předpoklady pro podstatné zvýšení mechanických vlastností. Struktura dosažená po sedmém průchodu nástrojem se šroubovicí je zobrazena na obr. 3. 3.



Obr. 3. 3 Struktura slitiny AlMn1Cu po sedmém průchodu nástrojem se šroubovicí 10°.

Z uvedeného metalografického rozboru lze usuzovat, že nejvýraznějšího zjemnění zrna dosahuje nástroj se šroubovicí 10° spolu s nástrojem s vychýlením 20°. U šroubovice 10° vykazuje struktura vyšší homogenitu a nevyskytují se intermetalické inkluze. Lze tedy konstatovat, že změna geometrie má pozitivní vliv na velikost zrna a u nástroje se šroubovicí i na výslednou homogenitu struktury.

4 Analýza vlivu počtu průchodů na tvrdost.

Pro vyhodnocení tvrdosti zkušebních vzorků byla použita zkouška tvrdosti podle Vickerse. Tato zkouška se řídí normou ČSN EN ISO 6507 – 1.

Vnikajícím tělesem u zkoušky podle Vickerse je pravidelný čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem 136° (identor), který je do zkušebního tělesa vtlačován zkušebním zatížením působícím v kolmém směru po stanovenou dobu. Po odlehčení se změří délky úhlopříček vtisku d_1 a d_2 . Výsledná tvrdost podle Vickerse je tedy podíl zatěžovací síly F a plochy vtisku S . Princip metody je zobrazen na obr. 4.1. Výhodou zkoušky je, že výsledná tvrdost nezáleží na zatěžovací síle, protože vtisky jsou pro různé síly relativně stejné [11].

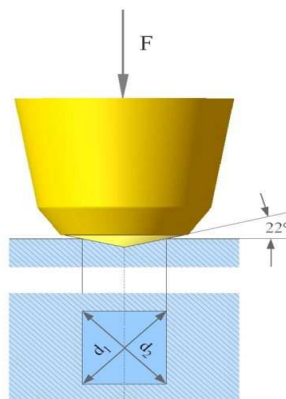
Vztah pro výpočet tvrdosti podle Vickerse (8), [11]:

$$HV = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (8)$$

Kde:

F – zatěžovací síla

d – aritmetický průměr délek úhlopříček d_1 a d_2

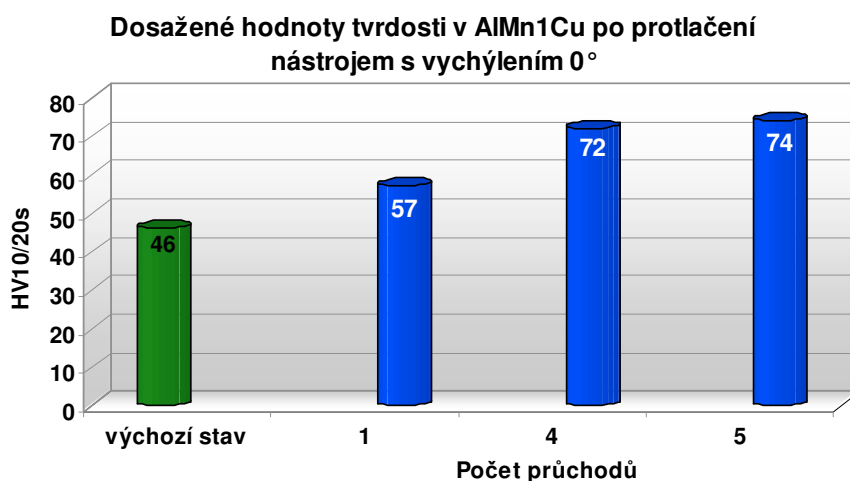


Obr. 4. 1 Princip zkoušky tvrdosti dle Vickerse [12].

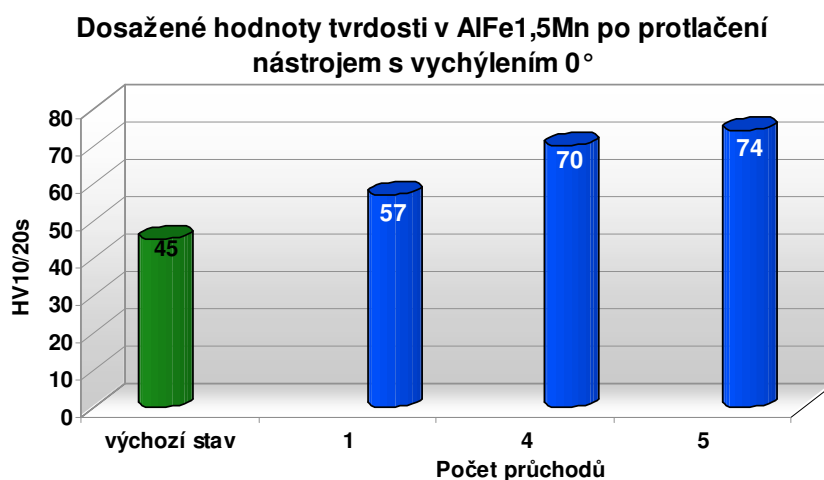
Základní vyhodnocení tvrdosti na povrchu vzorku bylo provedeno ve spolupráci s výzkumným ústavem VÚHŽ Dobrá a.s. Byla použita zkouška tvrdosti HV10, zkušební zatížení tedy bylo $F = 98,07 \text{ N}$ a doba zatížení byla 20 s. Zkouška byla provedena na tvrdoměru HPO 300, při teplotě 22°C . V každém vzorku bylo provedeno pět vpichů ve směru válcování. Výsledná tvrdost je jejich aritmetický průměr. Touto zkouškou byly vyhodnoceny vzorky po 1., 4. a 5. průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 0° , s vychýlením 20° a 3., 5. a 7. průchodu nástrojem ECAP se šroubovicí 10° .

4.1 Naměřené výsledky metodou HV 10

Naměřené tvrdosti se u obou hliníkových slitin po protlačení nástrojem s vychýlením 0° byly nepatrně rozdílné. Výchozí tvrdost u slitiny AlMn1Cu je 46 HV 10 a u slitiny AlFe1,5Mn je 45 HV 10. Po prvním průchodu stoupla tvrdost u obou slitin na 57 HV 10. Mezi prvním a čtvrtým průchodem u slitiny AlMn1Cu stoupla tvrdost o 15 HV 10 na 72 HV 10. U slitiny AlFe1,5Mn stoupla tvrdost mezi prvním a čtvrtým průchodem o 13 HV 10 na 70 HV 10. U pátého průchodu dosahovala tvrdost 74 HV 10 u slitiny AlMn1Cu i AlFe1,5Mn. Z toho lze usuzovat, že nejvýraznější zvýšení tvrdosti nastává u obou slitin po prvním průchodu. Výsledné tvrdosti jsou pro jednotlivé nástroje zobrazeny v grafu 4.1 a 4.2. Nárůst tvrdosti u pátého průchodu oproti výchozímu stavu je u slitiny AlMn1Cu 60,8 %, u slitiny AlFe1,5Mn 64,4 %.

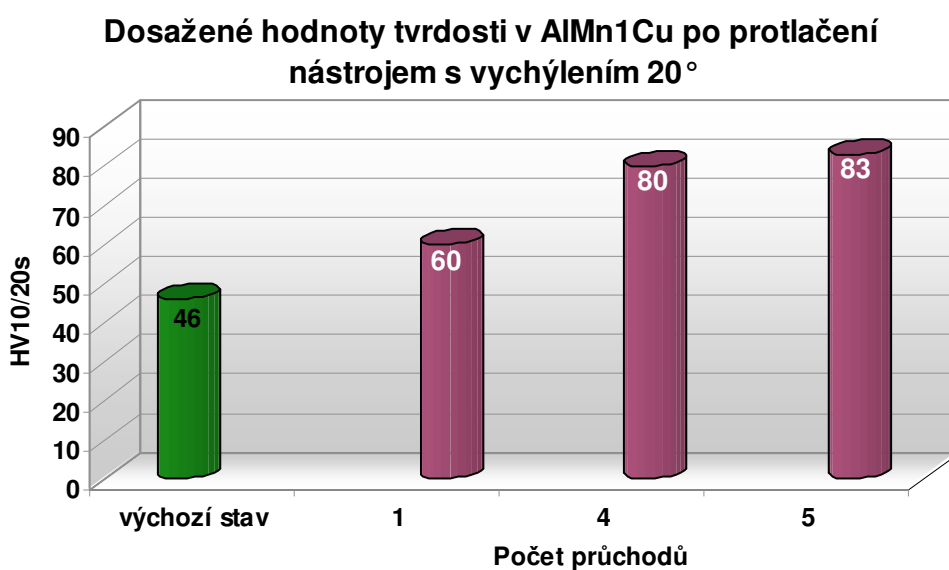


Graf 4. 1 Dosažené hodnoty tvrdosti u slitiny AlMn1Cu; vychýlení 0° ; povrch vzorku.

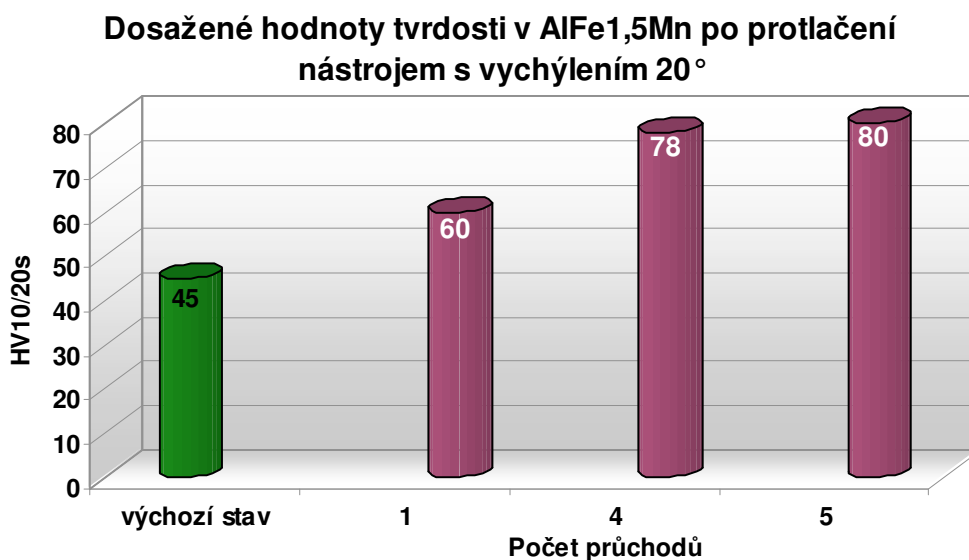


Graf 4. 2 Dosažené hodnoty tvrdosti u slitiny AlFe1,5Mn; vychýlení 0° ; povrch vzorku.

U nástroje s vychýlením 20° byl vývoj tvrdosti také obdobný u obou slitin. Největší zvýšení tvrdosti nastalo po prvním průchodu, kdy u obou slitin dosahovala tvrdost 60 HV 10. Mezi prvním a čtvrtým průchodem došlo u slitiny AlMn1Cu k navýšení tvrdosti na 80 HV 10 a u slitiny AlFe1,5Mn k navýšení na 78 HV 10. Po pátém průchodu dosahovala tvrdost 83 HV 10 u slitiny AlMn1Cu. U slitiny AlFe1Mn dosahovala tvrdost po pátém průchodu 80 HV 10. Dosažené hodnoty tvrdosti jsou pro jednotlivé nástroje zobrazeny v grafu 4.3 a 4.4. Nárůst tvrdosti u pátého průchodu oproti výchozímu stavu je u slitiny AlMn1Cu o 80,4 %, u slitiny AlFe1,5Mn o 77,7 %.

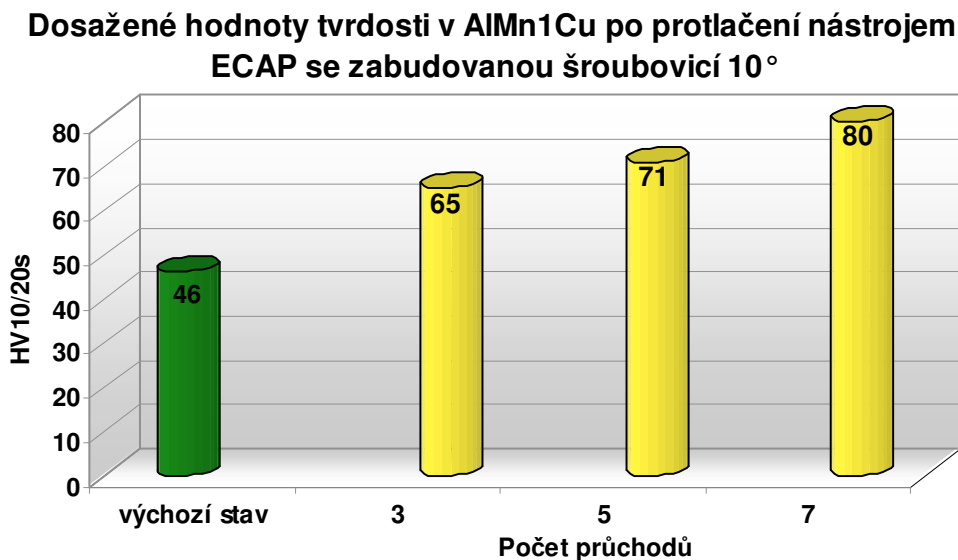


Graf 4. 3 Dosažené hodnoty tvrdosti u slitiny AlMn1Cu; vychýlení 20° ; povrch vzorku.



Graf 4. 4 Dosažené hodnoty tvrdosti u slitiny AlFe1,5Mn; vychýlení 20° ; povrch vzorku.

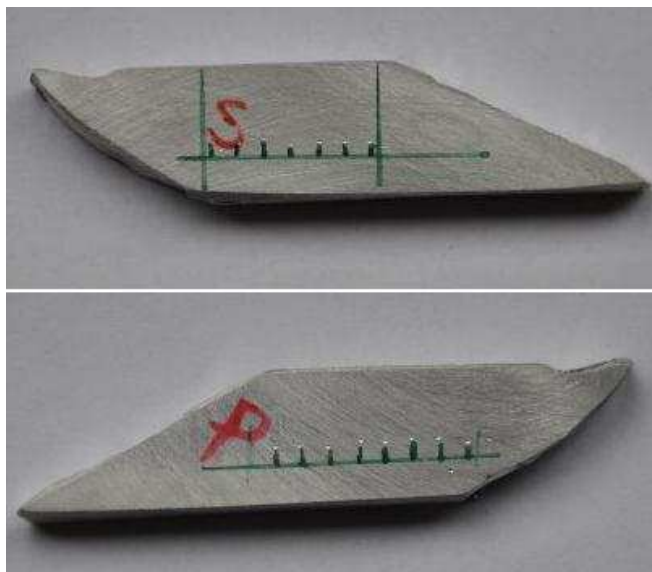
Jak je patrné z grafu 4.5, u nástroje ECAP se šroubovicí 10° nedochází k tak významnému nárůstu tvrdosti u slitiny AlMn1Cu jako u nástroje s vychýlením 0° a s vychýlením 20° . Po pátém průchodu dosahuje tvrdost hodnoty 71 HV 10, což je nárůst o 54,3 % oproti výchozímu stavu.



Graf 4.5 Dosažené hodnoty tvrdosti u slitiny AlMn1Cu; šroubovice 10° ; povrch vzorku.

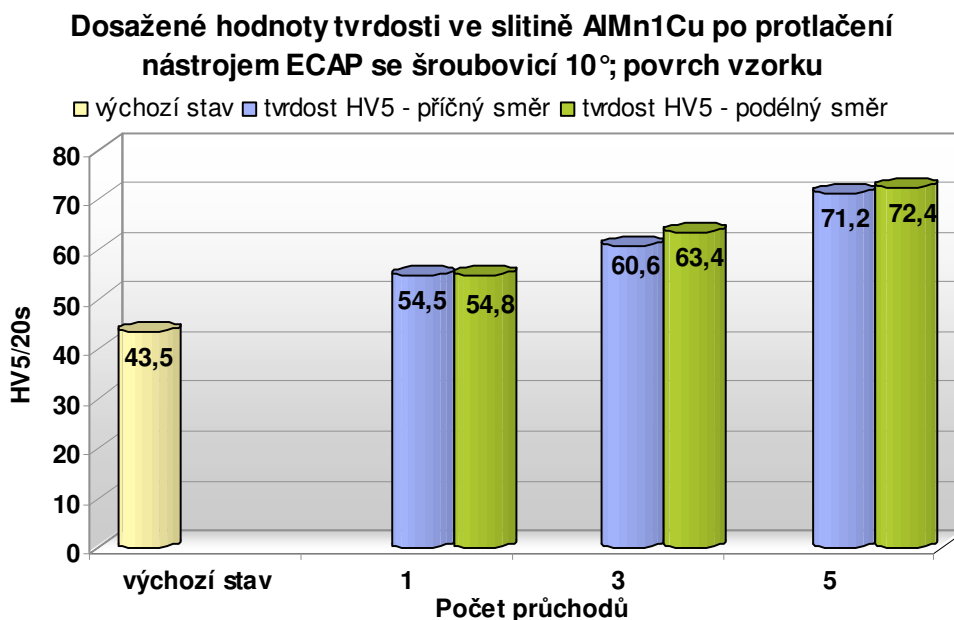
4.2 Naměřené výsledky metodou HV 5

V rámci vývoje nové metodiky vyhodnocování vzorků jsme u vzorků protlačených nástrojem se šroubovicí 10° provedli sérii vlastních měření tvrdosti v laboratoři VŠB – TUO. K měření jsme použili zkoušku tvrdosti podle Vickerse, dle normy ČSN EN ISO 6507 – 1. Byla vybrána zkouška HV 5, zkušební zatížení bylo $F = 49,03$ N. Zatěžovací doba byla 20 s. Zkouška byla provedena při teplotě 23°C . Zkoušená tvrdost se vyhodnocovala na povrchu i v řezu vzorku. Na povrchu vzorku byla tvrdost zkoušena v příčném i podélném směru na směr válcování materiálu. Bylo provedeno sedm zkušebních vpichů, výsledná tvrdost je jejich aritmetickým průměrem. Vpichy byly 3 mm od sebe, aby nedocházelo k ovlivnění od sousedního vpichu. Na obr. 4.2 jsou zobrazeny zkušební vpichy na povrchu a střední části vzorku.



Obr. 4. 2 Zkušební vpichy; S – střední část, P – povrch vzorku.

V grafu 4.6 vidíme srovnání dosažených tvrdostí naměřených v podélném a příčném směru na povrchu vzorku po 1., 3. a 5. průchodu nástrojem ECAP se šroubovicí 10°. Z grafu jasně vyplývá, že rozdíl tvrdostí není nikterak výrazný. Pouze u třetího průchodu bylo zaznamenáno zvýšení tvrdosti o 2,8 HV 5 v podélném směru. Maximální naměřená tvrdost je 72,4 HV 5 po pátém průchodu v podélném směru.

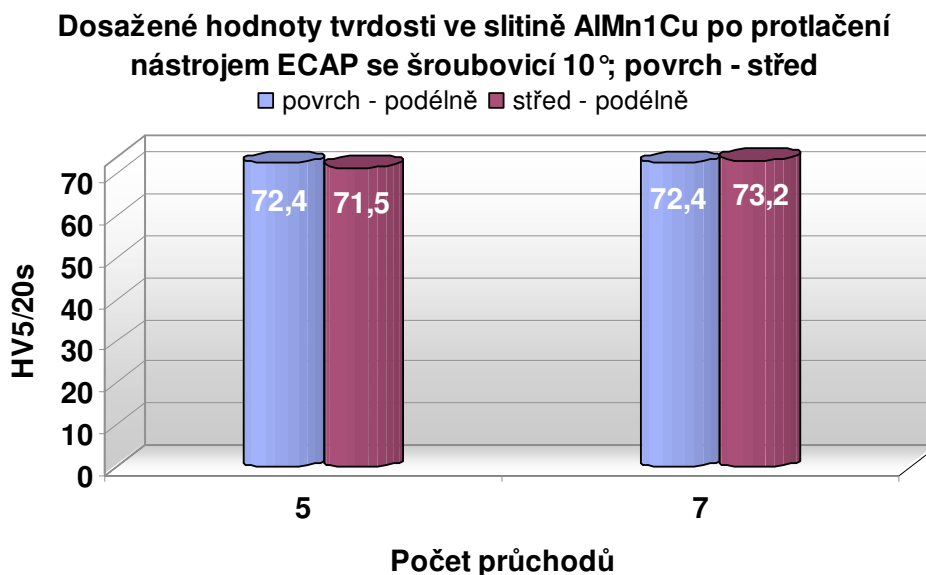


Graf 4. 6 Dosažené hodnoty tvrdosti ve slitině AlMn1Cu u šroubovice 10°; povrch vzorku; podélný a příčný směr.

Po prvním průchodu byl zaznamenán nárůst tvrdosti o 11,3 HV 5 oproti výchozímu stavu (povrchu vzorku; podélný směr). S dalšími průchody dochází k pozvolnému nárůstu tvrdosti. Po pátém průchodu byla naměřena tvrdost 72,4 HV 5, což je nárůst o 66,4 % oproti výchozímu stavu.

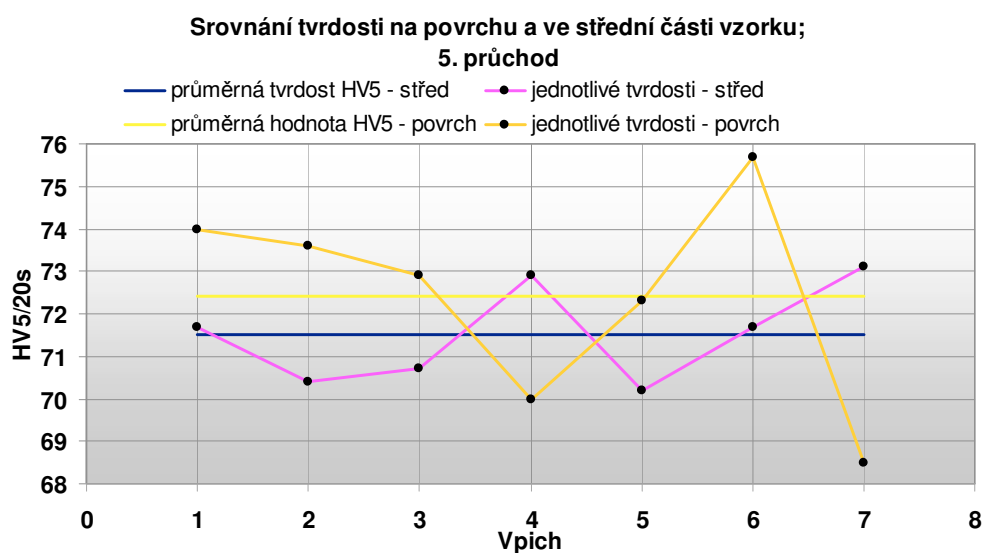
Současně můžeme porovnat rozdíl naměřených tvrdostí u třetího a pátého průchodu metodou HV 5 a HV 10 v podélném směru na povrchu vzorku. U metody HV 10 vyšla tvrdost po třetím průchodu 65 HV 10, u metody HV 5 vyšla tvrdost 63,4 HV 5. Po pátém průchodu byla naměřena metodou HV 10 tvrdost 71 HV 10 a metodou HV 5 byla naměřena tvrdost 72,4 HV 5. Výsledný rozdíl není velký a můžeme tedy konstatovat, že náš postup měření je správný. Měření tvrdosti HV 5 je z hlediska použitého materiálu (hliníkové slitiny) vhodnější než HV 10.

V grafu 4.7 je uvedeno porovnání výsledné tvrdosti na povrchu a ve středu vzorku po pátém a sedmém průchodu nástrojem ECAP se šroubovicí 10°. Z dosažených výsledků měření je zřejmé, že po pátém průchodu nedochází k nárůstu tvrdosti v povrchové oblasti. Dále pak, že dosažené hodnoty tvrdosti na povrchu a ve středu vzorku jsou téměř shodné. To nasvědčuje tomu, že nástroj se šroubovicí má pozitivní vliv na jednotnější rozložení deformace v celém průřezu vzorku. U nástroje ECAP s vychýlením 0° dosahují hodnoty tvrdosti většího rozptýlu na povrchu a střední části vzorku, jak uvádějí jiní autoři [9].



Graf 4. 7 Dosažené hodnoty tvrdosti ve slitině AlMn1Cu u šroubovice 10°; povrch – střed.

Ovšem z grafu 4.8 je patrné, že rozložení tvrdosti v analyzované oblasti jednotlivých vpichů po pátém průchodu je rovnoměrnější ve střední části vzorku, než na povrchu (podélný směr). Výsledky korespondují s publikovanými závěry jiných autorů. Rozložení tvrdosti po sedmém průchodu je zobrazeno v příloze č. 3. To může souviset s tím, že s vyšším počtem průchodů dochází ke zhoršení povrchové části vzorku (vznik trhlin a defektů), naproti tomu ve střední části vzorku s vyšším počtem průchodů dochází k zhutňování struktury.



Graf 4. 8 Rozložení tvrdosti u slitiny AlMn1Cu u šroubovice 10°; povrch – střed.

5 Metalografické vyhodnocení vzorků.

Příprava a vyhodnocení vzorků na transmisní elektronový mikroskop (TEM) a elektronovou difrakci (SAED) byla provedena ve spolupráci s Polskou akademií věd v Krakowie. Konzultace výsledků byly prováděny s **prof. Janem Dutkiewiczem, D. Sc.** Vzorky pro TEM analýzu byly odebrány příčným řezem vzorku. Struktura byla vyhodnocována transmisním elektronovým mikroskopu Philips Tecnai – 20.

U slitiny AlMn1Cu byly vyhodnoceny tyto vzorky: první a pátý průchod nástrojem ECAP s klasickým kanálem, první a pátý průchod nástrojem s vychýlením 20° a sedmý průchod nástrojem se zabudovanou šroubovicí 10° .

Po prvním průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 0° dosahuje střední velikost zrna $1\text{ }\mu\text{m}$ až $2\text{ }\mu\text{m}$. Ve struktuře bylo prokázáno také velké množství dislokací. U nástroje s vychýlením 20° bylo dosaženo střední velikosti zrna $1\text{ }\mu\text{m}$ až $1,5\text{ }\mu\text{m}$, tedy obdobné jako u nástroje s vychýlením 0° . Také zde bylo ve struktuře prokázáno velké množství dislokací. Dosažená struktura nástrojem ECAP s vychýlením 0° po prvním průchodu je zobrazena v příloze č. 4, struktura dosažená nástrojem s vychýlením 20° je zobrazena v příloze č. 5.

Po pátém průchodu nástrojem s vychýlením 0° byly pozorovány zrna se střední velikostí $0,5\text{ }\mu\text{m}$ až $0,7\text{ }\mu\text{m}$ a velkou dezorientací. Byla zde zaznamenána větší heterogenita struktury. V blízkosti malých zrn vznikalo hodně intermetalických inkluzí. Uvnitř vznikaly vlivem částečné rekrystalizace malé defekty. Dosažená struktura je zobrazena v příloze č. 6.

U pátého průchodu nástrojem s vychýlením 20° dosahuje struktura střední velikosti zrn $0,3\text{ }\mu\text{m}$ až $0,6\text{ }\mu\text{m}$. Ve struktuře je patrná také vysoká dezorientace mezi zrny a výskyt velkého počtu intermetalických inkluzí, které obsahují železo o velikosti až $0,5\text{ }\mu\text{m}$. Dosažená struktura je zobrazena v příloze č. 7.

Při sedmém průchodu nástrojem se šroubovicí 10° bylo dosaženo velkého zjemnění struktury se střední velikostí zrna okolo $0,25\text{ }\mu\text{m}$. Tato struktura vykazuje vyšší homogenitu než struktury dosažené zbylými dvěma nástroji. To je způsobeno zpětným tlakem vyvolaným pootočením horizontálního kanálu o 10° . Dosažená struktura je zobrazena v příloze č. 8.

U slitiny AlFe1,5Mn byly vyhodnoceny tyto vzorky: první a pátý průchod nástrojem ECAP s klasickým kanálem, první a pátý průchod nástrojem s vychýlením 20° .

Po prvním průchodu nástrojem ECAP s klasickým kanálem je ve struktuře viditelná nejednotnost velikosti zrna (heterogenní struktura). Ve struktuře jsou přítomny zrna s průměrnou velikostí od $0,3\text{ }\mu\text{m}$ do $3\text{ }\mu\text{m}$, kde větší zrna mají nízké úhly hranic zrn. Podobný

vývoj má i nástroj s vychýlením 20° po prvním průchodu. Dosažené struktury jsou zobrazené v příloze č. 9 a č. 10.

Po pátém průchodu nástrojem s vychýlením 0° se struktura skládá z podlouhlých zrn se šířkou $0,2\ \mu\text{m}$ až $0,3\ \mu\text{m}$ a délkou okolo $1\ \mu\text{m}$. Zrna jsou podlouhlá, ale podobná co se týče velikosti, jako u nástroje s vychýlením 20° . Dosažená struktura je zobrazena v příloze č. 11.

Po pátém průchodu nástrojem s vychýlením 20° jsou pozorovány zrna s průměrnou velikostí zrna od $0,3\ \mu\text{m}$ do $0,4\ \mu\text{m}$. Ve struktuře jsou ale přítomny i zrna s velikostí okolo $1\ \mu\text{m}$ s malým počtem dislokací, u malých rozměrů zrna se dislokace téměř nevyskytují. To je přisuzováno částečné dynamické rekrytalizaci během procesu. Ve struktuře se vyskytují zrna s nízkými i vysokými úhly hranic zrn. Dosažená struktura je zobrazena v příloze č. 12.

Z analýzy SAED je vidět po pátém průchodu u obou nástrojů rovnoměrnější rozložení difrakčních bodů, než u prvního průchodu. Rozložení difrakčních bodů poukazuje na tvorbu zrn s vysokými úhly hranic. Modely jsou přiloženy u snímků jednotlivých struktur.

6 Porovnání křivek přetvárného odporu dosažených procesem ECAP s upraveným kanálem a křivek dosažených na zařízení Gleeble s nástavcem MaxStrain.

Jak již bylo popsáno výše, k získání materiálů s UFG nebo NC strukturou je možné využít některou z metod založené na vícenásobné plastické deformaci. Jednou z nich je i víceosá komprese materiálu, která může být provedena na simulátoru Gleeble 3800 s nástavcem MaxStrain.

6.1 Popis zařízení Gleeble 3800 s nástavcem MaxStrain

Zařízení MaxStrain (obr. č. 6.1) je mobilní jednotka navržená ke spolupráci se systémem Gleeble 3800. Zařízení je určené k dosažení extrémně velkých hodnot plastické deformace s přesnou kontrolou teploty vzorku a celkovou deformací v důsledku velmi rychlé, vícenásobné a víceosé komprese materiálu.



Obr. 6. 1 Zařízení Gleeble 3800 s nástavcem MaxStrain; detail uchycení vzorku a průběh zkoušky [13].

Nástavec MaxStrain je během provádění zkoušky plně automatický. Je ovládaný programovým vybavením Gleeble Skript Language (GSL). Pružnost GSL dovoluje vytvoření v jednom programu nepřetržité sekvence, která řídí vícenásobnou deformaci a rotaci vzorku způsobem, který požaduje operátor [13].

Ohřívací a chladicí rychlosti vzorku jsou omezeny pouze fyzikálními vlastnostmi materiálu, tj. jeho velikostí a chemickým složením. Časová prodleva mezi následujícími

deformacemi musí být tak krátká, jak je to možné, aby materiál nezměkl mezi následujícími deformacemi, zvláště během testů za tepla. K docílení stanovené teploty procesu se využívá přímý elektrický ohřev [13].

Vzorky čtvercového průřezu jsou v zařízení upnuty ve dvou přípravcích dovolující rotaci vzorku. Horizontálně umístěná kovadla dovolují stlačení vzorku umístěného v přípravku kolmém k pohybu kovadliny. Vzorek může rotovat o 90° mezi následujícími kroky deformačního procesu [13].

Maximální velikost vzorku je $25 \text{ mm} \times 25 \text{ mm} - 195 \text{ mm}$. Menší vzorky mohou být umístěny v zařízení za pomoci vhodných adaptérů.

Deformace vzorku je vyvolaná dvěma hydraulickými servomotory s nezávislou regulací. První z nich je servomotor hlavního stroje o maximálním výkonu 200 kN a rychlosti do 2 m/s. Druhý je umístěn v mobilním nastavci MaxStrain a je schopen vyvinout sílu až 400 kN při statickém zatěžování. Bohužel, maximální rychlost servomotoru v nastavci MaxStrain je několikrát nižší než maximální rychlost servomotoru základního stroje, proto při víceosé kompresi není možné dosáhnout rychlosti deformace $\dot{\epsilon}$ více než 1 s^{-1} [13].

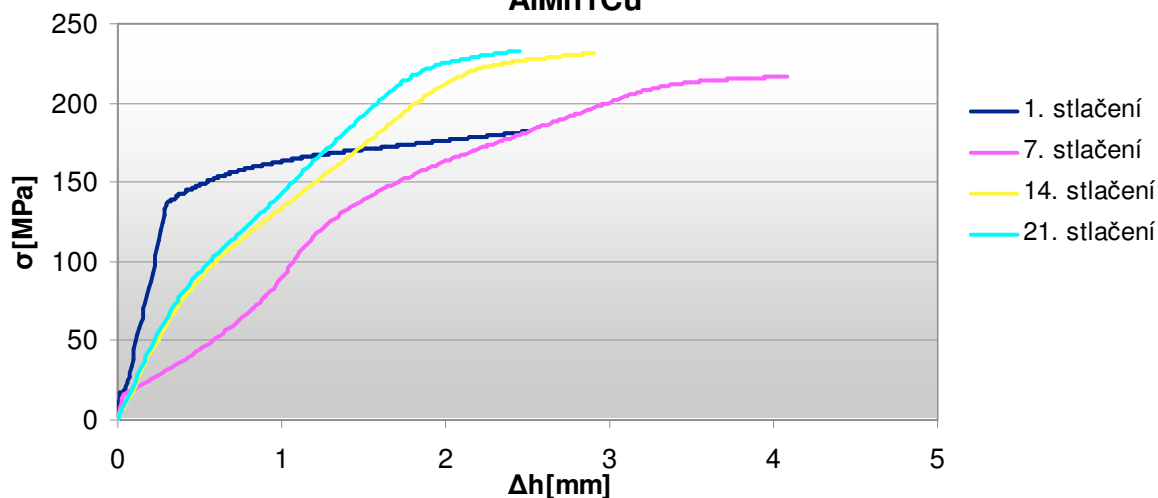
Při experimentu byly použity vzorky ze slitiny AlMn1Cu s rozměry $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} - 29 \text{ mm}$ upevněné ve zvláštním přípravku zhotoveného z nerezové oceli X5CrNi18 a společně umístěny v rotačním manipulátoru. Maximální počet kompresí byl 21 a rychlost komprese byla 2 mm/s. Proces probíhal při teplotě okolí $t_o = 21^\circ \text{C}$ [13].

6.2 Srovnání křivek přetvárného odporu

Křivky přetvárného odporu u procesu ECAP jsou uvedeny v kap. 2.5.

Křivky dosažené cyklickým přechováním v kanálu (CCDC) mají zcela odlišný průběh než křivky dosažené protlačováním rovnostranným pravoúhlým kanálem (ECAP). To je dáno samozřejmě rozdílností obou procesů. Křivky dosažené procesem CCDC po 1., 7., 14. a 21. stlačení jsou uvedeny v grafu 6.1. Při procesu CCDC nedochází k tak výraznému nárůstu přetvárného odporu, jako u procesu ECAP. U 21. stlačení dosahuje $\sigma_{pmax} = 233,18 \text{ MPa}$. Rozdíl počáteční a konečné tloušťky (Δh) vzorku se s přibývajícím počtem stlačení zmenšuje, jak se materiál postupně zpevňuje. Tím dochází i k postupnému nárůstu přetvárného odporu u jednotlivých stlačení.

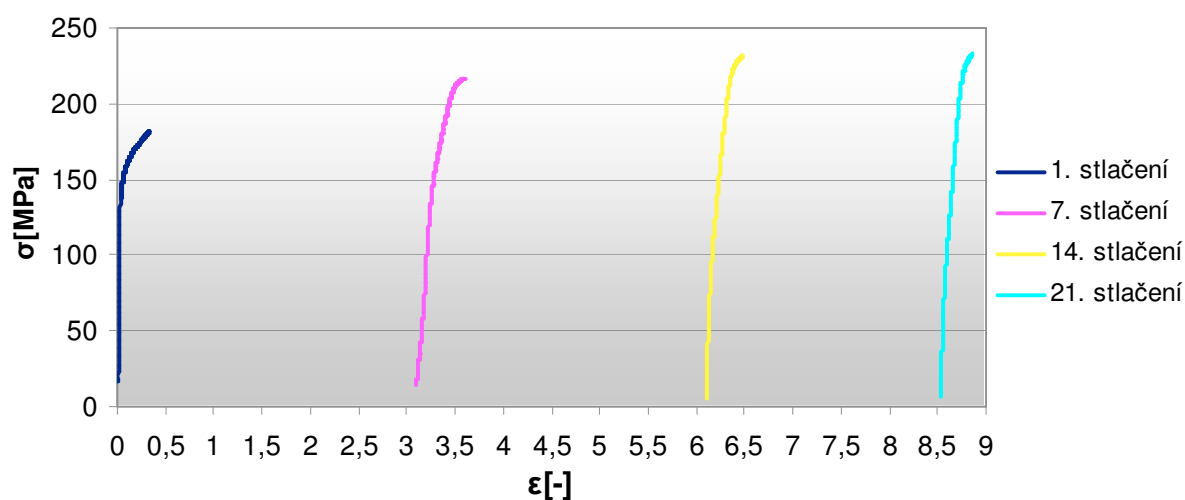
Porovnání křivek přetvárného odporu u zařízení Gleeble; slitina AlMn1Cu



Graf 6. 1 Křivky přetvárného odporu dosažené procesem CCDC.

Průběh deformace je zobrazen v grafu 6.2. Z grafu jde vidět, že dochází k postupnému akumulování deformace po jednotlivých stlačeních. Matematickou simulací bylo dokázáno, že průběh deformace uvnitř vzorku vykazuje heterogenitu typickou pro kování, tzv. kovací kříž. Deformace je nahromaděna ve středu vzorku a podél úhlopříček příčného průřezu. Můžeme jednoznačně předpokládat, že s přibývajícím počtem stlačení bude deformační stav rovnoměrnější, protože zpevněný materiál se obtížněji deformuje a to způsobuje šíření deformace do oblastí, které jsou méně zpevněné.

Průběh deformace dosažené procesem CCDC; slitina AlMn1Cu



Graf 6. 2 Průběh deformace dosažené procesem CCDC.

7 Celkové vyhodnocení dosažených výsledků.

Bylo provedeno protlačení slitiny AlMn1Cu nástroji ECAP s vychýlením 0°, vychýlením 20° a zabudovanou šroubovicí 10°. Dále pak protlačení slitiny AlFe1,5Mn nástroji ECAP s vychýlením 0° a vychýlením kanálu o 20°.

Pro posouzení vlivu změny geometrie nástroje na efektivitu procesu SPD byla vybrána slitina AlMn1Cu, která byla protlačena všemi třemi nástroji ECAP. Z porovnání výsledných křivek přetvárného odporu se jeví jako nejefektivnější nástroj se zabudovanou šroubovicí 10°. Nárůst přetvárného odporu je vyvolán zpětným tlakem od šroubovice. Následuje nástroj s vychýlením 20° a nástroj s vychýlením 0°. Nárůst hodnoty σ_{pmax} po pátém průchodu nástrojem s vychýlením 20° oproti nástroji s vychýlením 0° je o 49,05 %. Nárůst hodnoty σ_{pmax} po pátém průchodu nástrojem se šroubovicí 10° oproti nástroji s vychýlením 0° je o 76,62 %. Lze tedy konstatovat, že změny v geometrii nástroje mají velký vliv na vývoj přetvárného odporu.

Z porovnání výsledné tvrdosti u slitiny AlMn1Cu dosažené třemi nástroji ECAP není vliv změny geometrie tak jednoznačný. Předpokládalo se, že nejvyšší tvrdost bude dosažena nástrojem se šroubovicí 10°, čemuž nasvědčovalo porovnání křivek přetvárného odporu. Nicméně, při měření tvrdosti v povrchové části vzorků po pátém průchodu byla naměřena největší tvrdost u nástroje s vychýlením 20°. To může být způsobeno otěrem vzorku o hranu vychýlení. Nárůst tvrdosti oproti výchozímu stavu je u pátého průchodu nástrojem s vychýlením 0° o 60,8 %, u nástroje s vychýlením 20° o 80,4 % a u nástroje se zabudovanou šroubovicí 10° o 54,3 %.

Jednoznačně bylo prokázáno, že u všech typů nástroje ECAP se tvrdost zvyšuje s počtem průchodů. U obou slitin byly hodnoty tvrdosti po jednotlivých průchodech podobné. Nejvyšší nárůst tvrdosti byl zaznamenán po prvním průchodu. Po čtvrtém průchodu není nárůst tvrdosti již příliš velký. V rámci nové metodiky vyhodnocování vzorků bylo u nástroje se šroubovicí 10° provedeno měření tvrdosti metodou HV5. Touto metodou byla měřena tvrdost jak na povrchu vzorku v příčném a podélném směru, tak ve střední části vzorku. Při porovnání velikosti tvrdosti v povrchové a střední části vzorku nebyl shledán větší rozdíl.

Všechny tři typy nástroje mají pozitivní vliv na zjemnění velikosti zrna. U slitiny AlMn1Cu bylo po pátém průchodu nástrojem s vychýlením 0° dosaženo střední velikosti zrna 0,5 μm až 0,7 μm s velkou dezorientací. Byla zde zaznamenána větší heterogenita struktury. V blízkosti malých zrn vznikalo hodně intermetalických inkluzí. Uvnitř vznikaly vlivem částečné rekystalizace malé defekty. U pátého průchodu nástrojem s vychýlením 20° dosahuje struktura střední velikosti zrna 0,3 μm až 0,6 μm . Ve struktuře je patrná také

vysoká dezorientace mezi zrny a výskyt velkého počtu intermetalických inkluzí, které obsahují železo o velikosti až 0,5 μm . U sedmého průchodu nástrojem se šroubovicí 10° bylo dosaženo velkého zjemnění struktury se střední velikostí zrna okolo 0,25 μm . Tato struktura vykazuje vyšší homogenitu než struktury dosažené zbylými dvěmi nástroji. To je způsobeno zpětným tlakem vyvolaným pootočením horizontálního kanálu o 10°, jehož působení se projevuje zejména od čtvrtého průchodu.

U slitiny AlFe1,5Mn bylo po pátém průchodu nástrojem s vychýlením 0° dosaženo struktury skládající se z podlouhlých zrn se šířkou 0,2 μm až 0,3 μm a délkou okolo 1 μm . Zrna jsou podlouhlá, ale podobná co se týče velikosti, jako u nástroje s vychýlením 20°. Po pátém průchodu nástrojem s vychýlením 20° jsou pozorovány zrna s průměrnou velikostí zrna od 0,3 μm do 0,4 μm . Ve struktuře jsou ale přítomny i zrna s velikostí okolo 1 μm s malým počtem dislokací, u malých rozměrů zrna se dislokace téměř nevyskytují. To je přisuzováno částečné dynamické rekrystalizaci během procesu. Ve struktuře se vyskytují zrna s nízkými i vysokými úhly hranic zrn.

V posledním bodě byly porovnány křivky přetvárného odporu procesu ECAP a CCDC. Jedná se o zcela odlišné procesy. U procesu ECAP s nástrojem se šroubovicí dosahuje $\sigma_{pmax} = 927,72 \text{ MPa}$ po pátém průchodu. Matematickou simulací bylo zjištěno, že vnesená deformace je 5,8. U procesu CCDC dosahuje po 21. stlačení $\sigma_{pmax} = 233,18 \text{ MPa}$. Vnesená deformace je 8,8. Je tedy zřejmé, že u procesu CCDC je zapotřebí větší počtu cyklů, než u procesu ECAP. Současně je nutno říct, že zařízení Gleeble s nástavcem MaxStrain slouží spíše k simulování podmínek experimentů, než k samostatné výrobě UFG materiálů.

Závěr

V první části diplomové práce popisují stávající stav a nové vývojové trendy v technologiích výroby UFG materiálů metodou SPD u procesu ECAP. Rešeršní práce je zaměřena na popis materiálů s velmi jemnozrnnou strukturou a jejich výrobu procesem ECAP. Dále je popsáno několik nových modifikací procesu ECAP, jako třeba T – ECAP, Cross – ECAP a nástroj se zabudovanou šroubovicí (TE).

V experimentální části diplomové práce zhodnocují výsledky dosažené protlačením slitiny AlMn1Cu nástroji ECAP s vychýlením 0°, vychýlením 20° a se šroubovicí 10°, dále pak slitiny AlFe1,5Mn protlačené nástroji ECAP s vychýlením 0° a vychýlením 20°. Bohužel se nepodařilo zajistit u dodavatele AL INVEST Břidličná (ani u jiných výrobců) vzorky potřebných rozměrů (15 × 15 – 60 mm) ze slitiny AlFe1,5Mn a nemohlo tak být provedeno protlačení této slitiny nástrojem ECAP se šroubovicí 10°.

U křivek přetvárného odporu byl jednoznačně prokázán vliv změny geometrie nástroje na velikost σ_p . Křivky dosažené nástrojem se šroubovicí dosahovaly vyšších hodnot σ_{pmax} a jejich průběh byl rovnoměrnější, než křivky dosažené nástrojem s vychýlením 0° i 20°.

Pozitivní vliv počtu průchodů na vývoj tvrdosti byl také jednoznačně prokázán. Největší zvýšení tvrdosti bylo dosaženo po prvním průchodu u všech třech typů nástroje ECAP. Po čtvrtém průchodu nedocházelo k výraznější změně tvrdosti u nástroje s vychýlením 0° a vychýlením 20°. U nástroje se šroubovicí 10° nedocházelo k výraznější změně tvrdosti po pátém průchodu. Vliv změny geometrie nástroje na hodnoty dosažené tvrdosti nebyl dostatečně prokázán.

U metalografického vyhodnocení vzorků bylo prokázáno zjemnění struktury u obou hliníkových slitin. Vliv změny geometrie a počtu průchodů na velikost zrna byl také prokázán. U nástroje se šroubovicí 10° byla dosažena struktura po 7. průchodech se střední velikostí zrna 0,2 μm až 0,25 μm. Výsledná struktura byla více homogenní než u nástroje s vychýlením 0° a vychýlením 20°.

Z dosažených celkových výsledků je zřejmé, že vliv změny geometrie nástroje ECAP (vložená šroubovice) má podstatný vliv na výslednou střední velikost zrna, heterogenitu struktury a mechanických vlastností. Daný poznatek je doložen v souběžně prováděných experimentech (tahové zkoušky u krátkých vzorků). Z hlediska dalšího vývoje v dané oblasti považuji za vhodné zvýšení úhlu natočení šroubovice a tím dosažení vyšších stupňů deformace v jednotlivých průchodech nástrojem ECAP a tímto i docílení zvýšení efektivity celého procesu.

Poděkování

Děkuji prof. Ing. Stanislavu Ruzzovi, CSc. za vedení a pomoc při vypracovávání mé diplomové práce. Dále pak **prof. Janu Dutkiewiczovi, D. Sc.** za odborné konzultace při vyhodnocování dosažené struktury. Ing. Stanislavu Tylšarovi, Ing. Janu Kedroňovi a Bc. Michalu Jančovi za pomoc při provádění experimentů.

Seznam použité literatury

- [1] ZRNÍK, J.; et al. *Evropská strategie výrobních procesů (4): Příprava ultrajemnozrnných a nanokrystalických kovových materiálů extrémní plastickou deformací a jejich vlastností*. Ostrava: Repronis, 2007. 76 s. ISBN 978-80-7329-153-2.
- [2] SRINIVASAN, R. (PI); et al. *Continuous Severe Plastic Deformation Processing of Aluminum Alloys: Final Technical Report*. Ohio: Wright State University, 2006. 68 s.
- [3] DVOŘÁK, J.; et al. Effect of Processing Route on Microstructure and Mechanical Behaviour of Ultrafine Grained Metals Processed by Severe Plastic Deformation, *Materials Science Forum*, Vol. 482 (2005), p. 83 - 88.
- [4] KOCICH, R.; et al. Finite Element Investigation of Influence of Selected Factors on ECAP Process. In *Metal 2010*. TANGER spol. s r.o., 2010. ISBN 978-80-87294-15-4.
- [5] ROSECHOVSKI, A. Processing Metals by Severe Plastic Deformation, *Solid State Phenomena*, Vols. 101 - 102 (2005), p. 13 - 22.
- [6] LIANG, W.; et al. Transformation matrix analysis on the shear characteristics in multi-pass ECAP processing and predictive design of new ECAP routes. *Materials Science and Engineering*, August 2010, vol. 527, p. 5557 – 5564. ISSN 0921 – 5093.
- [7] VALIEV, R. Z.; et al. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, September 2006, vol. 51, p. 881 – 981. ISSN 0079-6425.
- [8] BEYGELZIMER, Y.; et al. Planar Twist Extrusion versus Twist Extrusion. *Journal of Materials Processing Technology*, March 2011, vol. 211, p. 522 – 529. ISSN 0924 – 0136.
- [9] MANI, B.; et al. A modification on ECAP process by incorporating torsional deformation. *Materials Science and Engineering*, May 2011, vol. 528, p. 4159 – 4165. ISSN 0921 – 5093.
- [10] NAGASEKHAR, A. V.; et al. Plastic deformation characteristics of cross-equal channel angular pressing. *Computational Materials Science*, October 2008, vol. 43, p. 1069 – 1073. ISSN 0927 – 0256.

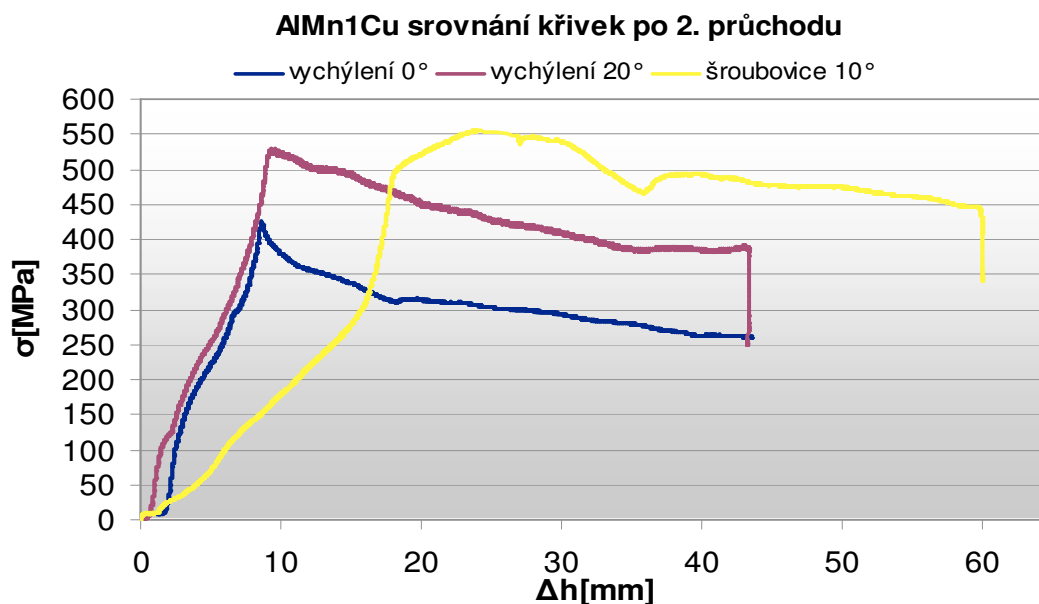
- [11] MOLLÍKOVÁ, E. *Zkoušení materiálů a výrobků* [online]. [cit. 3. května 2011]. Dostupné na WWW: < <http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/zmv/Index.html> >.
- [12] Obrázek 4.1. [cit. 3. května 2011]. Dostupný z WWW:
< http://cs.wikipedia.org/wiki/Zkou%C5%A1ka_tvrlosti_podle_Vickerse >.
- [13] KNAPIŇSKI, M.; RUSZ, S.; et al. *The Numeric Analysis of the Strain State of AlMn1Cu Alloy in the Conditions of Multiaxial Compression in the MaxStrain Test*. Czestochowa University of Technology, Poland; Technical University VSB Ostrava, Czech Republic.
- [14] RUSZ, S.; et al. Enhancement of efficiency of SPD process by application of new geometry of ECAP tool. *Acta Metallurgica Slovaca*, 2010, vol. 16, no. 4, p. 229 – 236. ISSN 1338 – 1156.
- [15] RUSZ, S.; et al. Increasing the effectiveness of severe plastic deformation process. In *Metal 2008*. TANGER spol. s r.o., 2008. ISBN 978-80-254-1987-8.

Seznam příloh

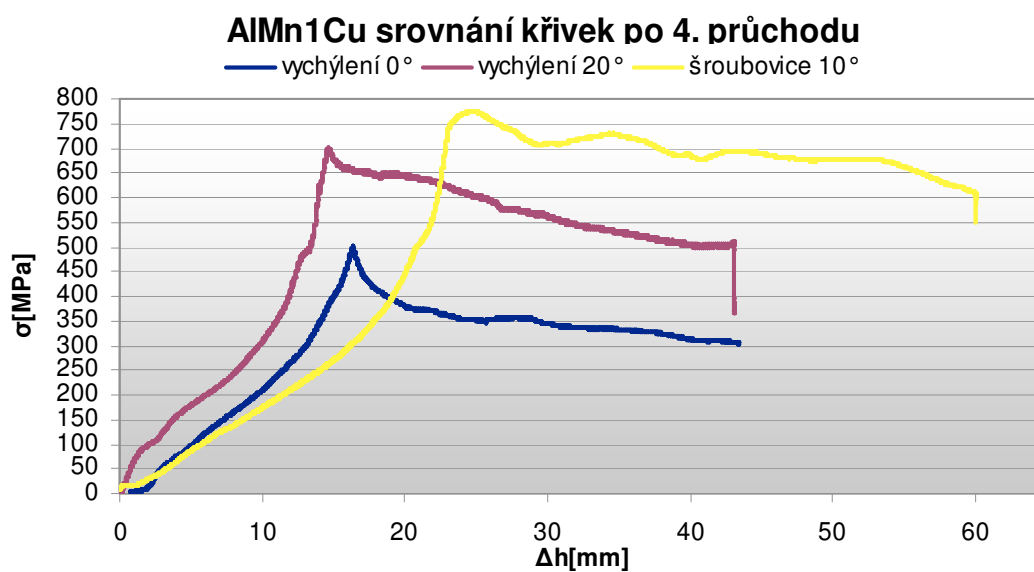
- Příloha č. 1 Porovnání křivek přetvárného odporu po 2. průchodu; slitina AlMn1Cu.
- Příloha č. 2 Porovnání křivek přetvárného odporu po 4. průchodu; slitina AlMn1Cu.
- Příloha č. 3 Rozložení tvrdosti po 7. průchodu; šroubovice 10°; slitina AlMn1Cu; povrch – střed.
- Příloha č. 4 Struktura po 1. průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 0°; slitina AlMn1Cu.
- Příloha č. 5 Struktura po 1. průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 20°; slitina AlMn1Cu.
- Příloha č. 6 Struktura po 5. průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 0°; slitina AlMn1Cu.
- Příloha č. 7 Struktura po 5. průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 20°; slitina AlMn1Cu.
- Příloha č. 8 Struktura po 7. průchodu nástrojem ECAP se šroubovicí 10°; slitina AlMn1Cu.
- Příloha č. 9 Struktura po 1. průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 0°; slitina AlFe1,5Mn.
- Příloha č. 10 Struktura po 1. průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 20°; slitina AlFe1,5Mn.
- Příloha č. 11 Struktura po 5. průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 0°; slitina AlFe1,5Mn.
- Příloha č. 12 Struktura po 5. průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 20°; slitina AlFe1,5Mn.

Přílohy

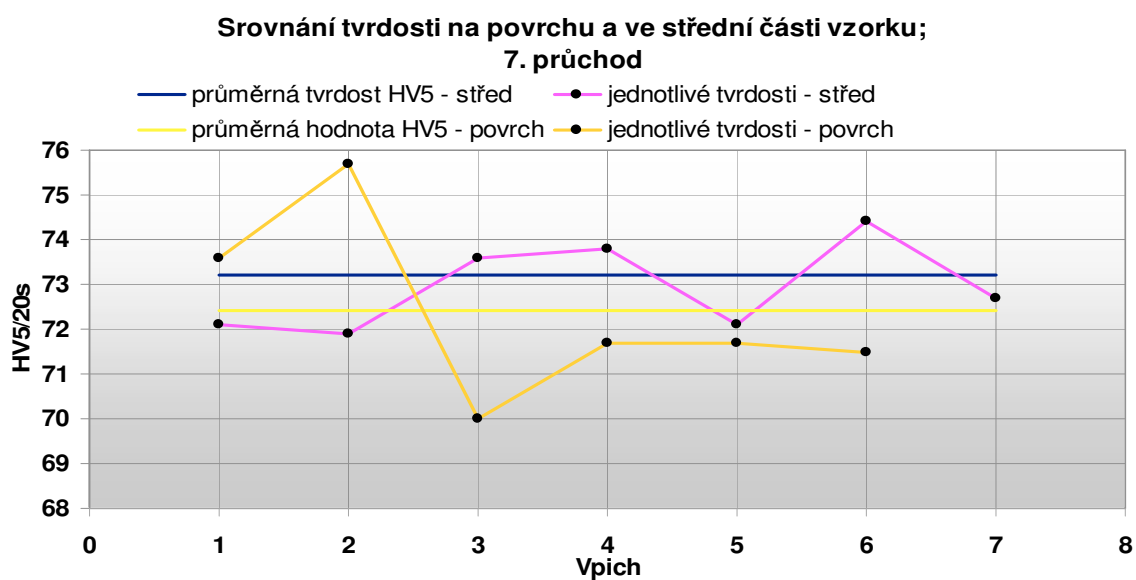
Příloha č. 1 Porovnání křivek přetvárného odporu po 2. průchodu; slitina AlMn1Cu.



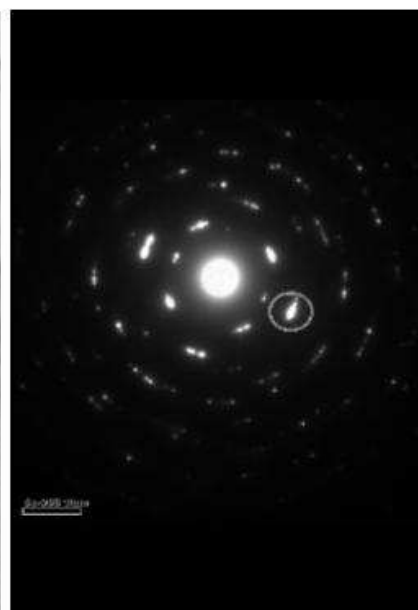
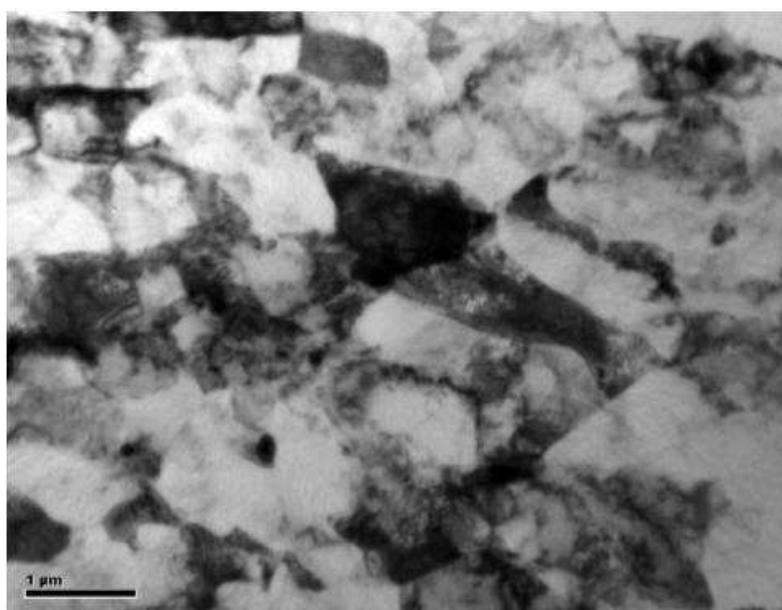
Příloha č. 2 Porovnání křivek přetvárného odporu po 4. průchodu; slitina AlMn1Cu.



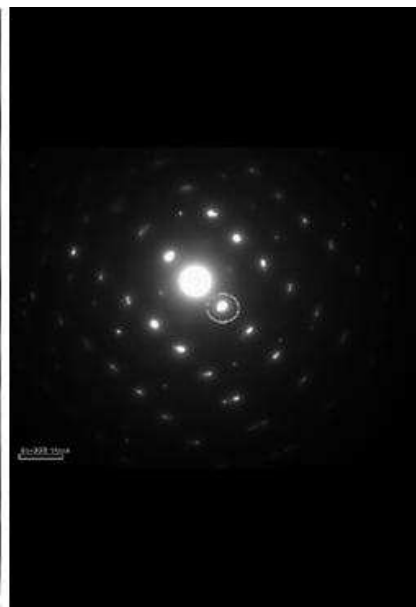
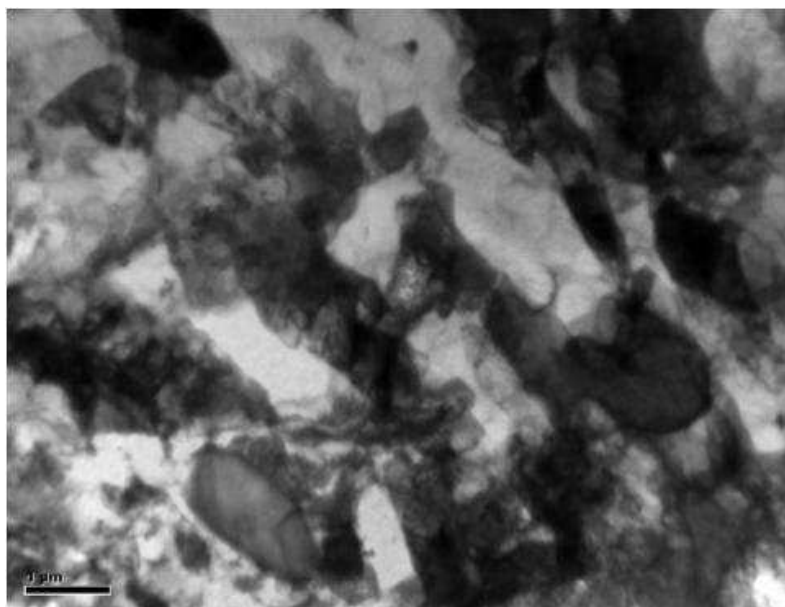
Příloha č. 3 Rozložení tvrdosti po 7. průchodu; šroubovice 10°; slitina AlMn1Cu; povrch – střed.



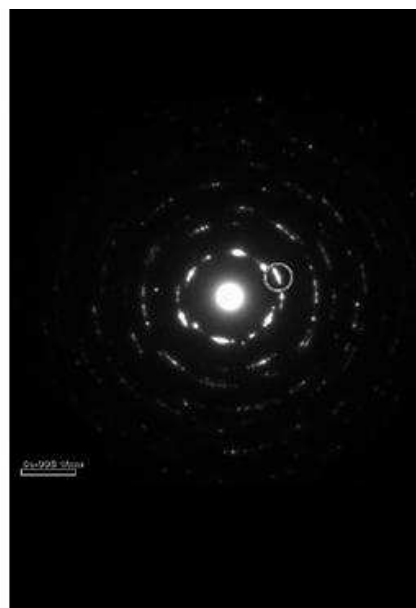
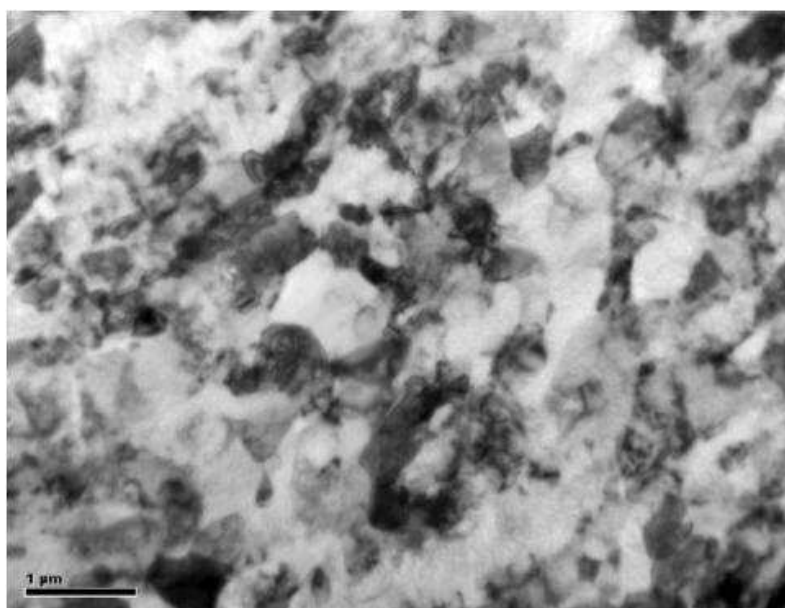
Příloha č. 4 Struktura slitiny AlMn1Cu po prvním průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 0°; model SAED.



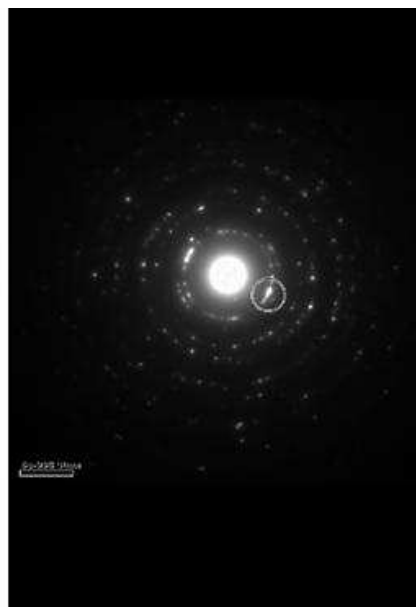
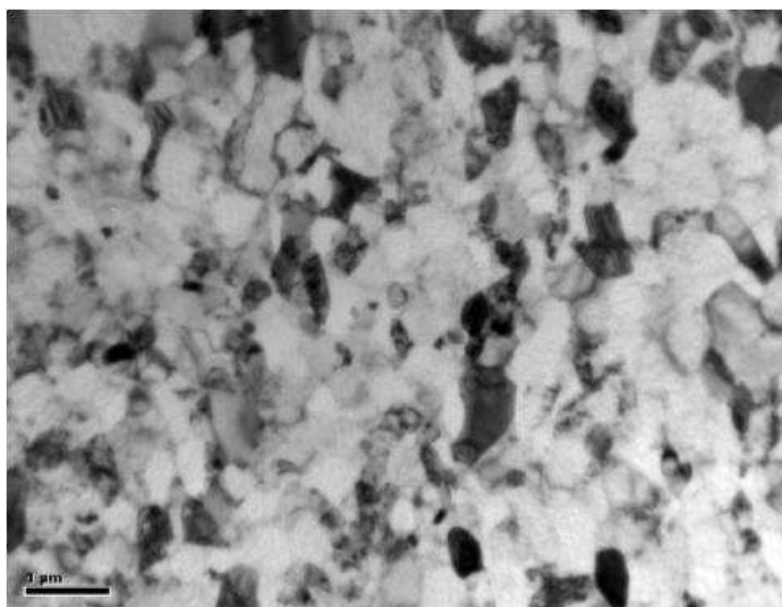
Příloha č. 5 Struktura slitiny AlMn1Cu po prvním průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 20°; model SAED.



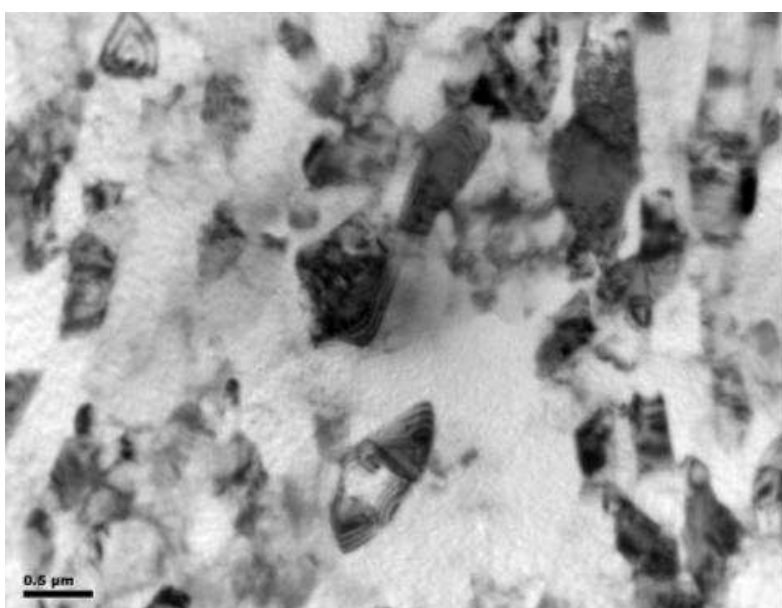
Příloha č. 6 Struktura slitiny AlMn1Cu po pátém průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 0°; model SAED.



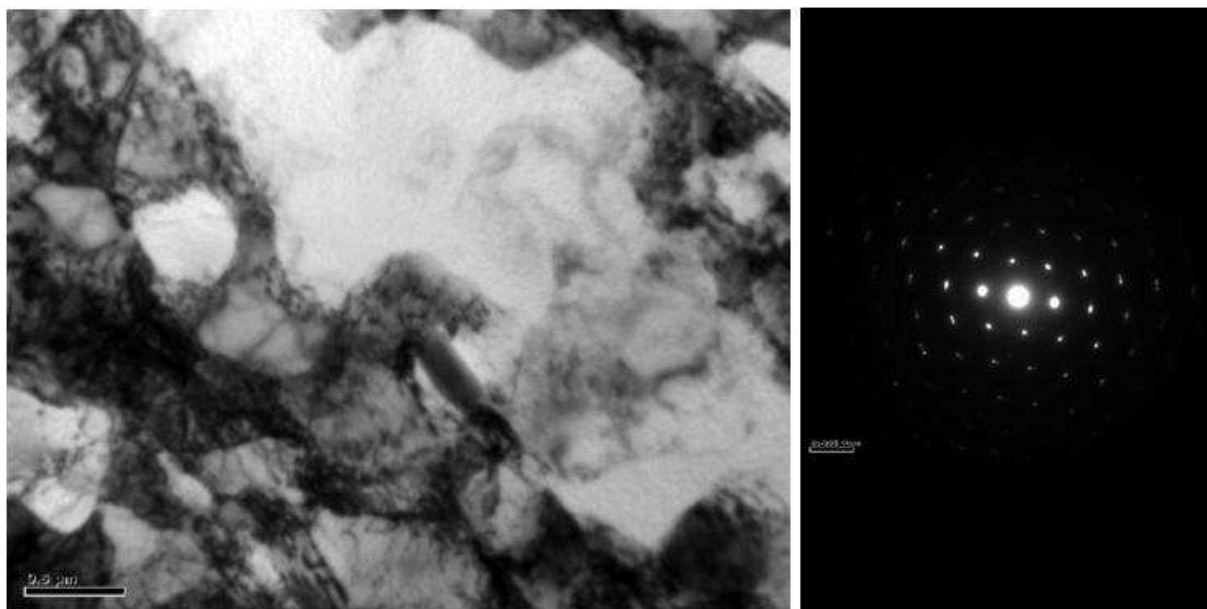
Příloha č. 7 Struktura slitiny AlMn1Cu po pátém průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 20°; model SAED.



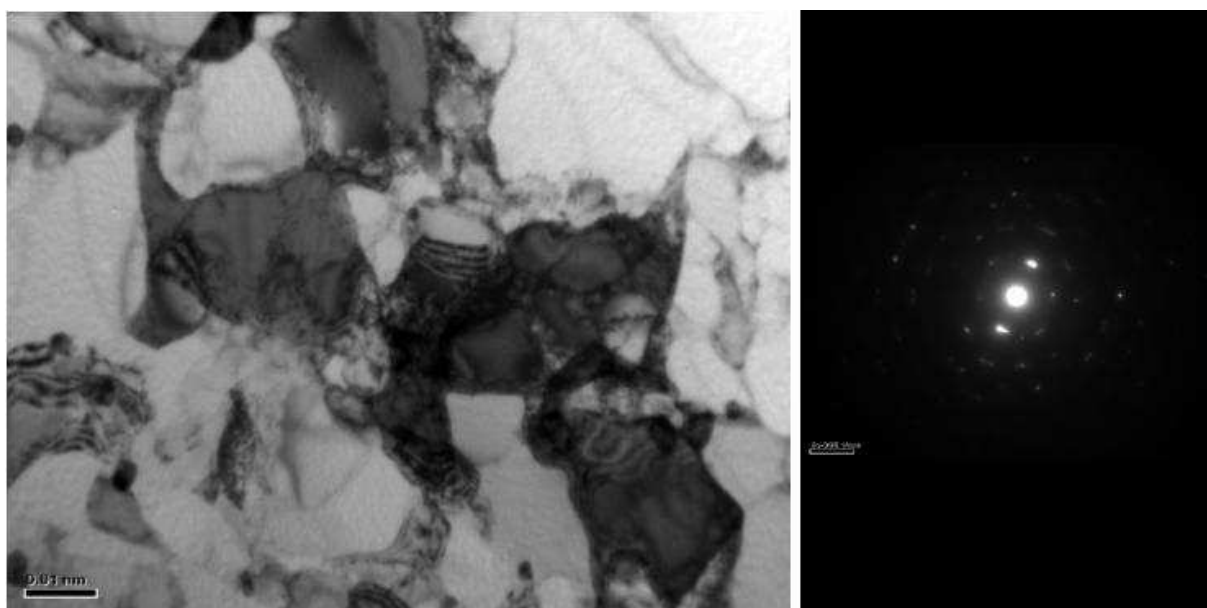
Příloha č. 8 Struktura slitiny AlMn1Cu po sedmém průchodu nástrojem ECAP se zabudovanou šroubovicí 10°; model SAED.



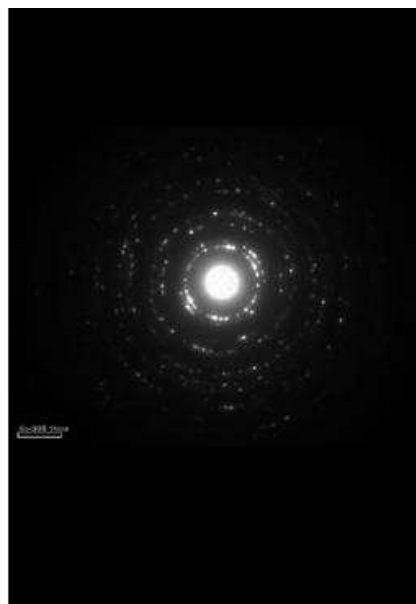
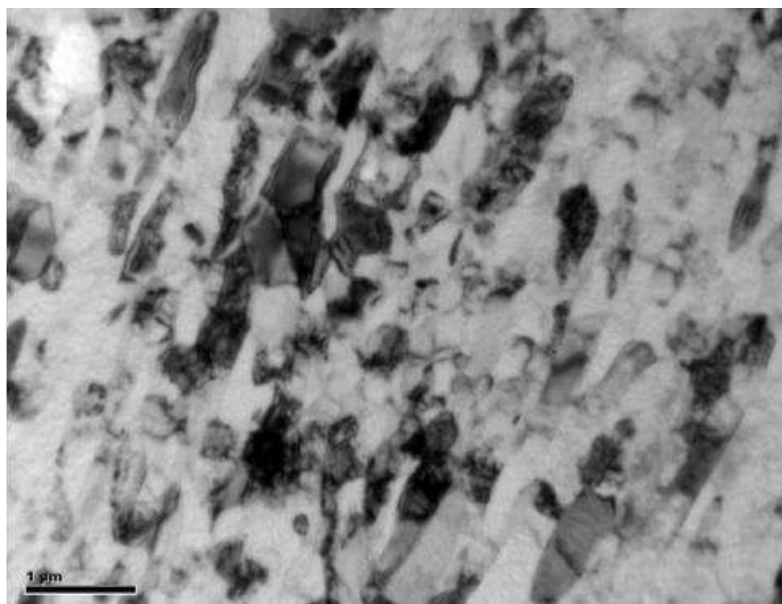
Příloha č. 9 Struktura slitiny $\text{AlFe}_{1,5}\text{Mn}$ po prvním průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 0° ; model SAED.



Příloha č. 10 Struktura slitiny $\text{AlFe}_{1,5}\text{Mn}$ po prvním průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 20° ; model SAED.



Příloha č. 11 Struktura slitiny AlFe1,5Mn po pátém průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 0°; model SAED.



Příloha č. 12 Struktura slitiny AlFe1,5Mn po pátém průchodu nástrojem ECAP s vychýlením 20°; model SAED.

